

# 基于纳米压痕法的多孔硅硬度及杨氏模量与微观结构关系研究<sup>\*</sup>

杨海波<sup>1)†</sup> 胡 明<sup>1)‡</sup> 张 伟<sup>1)</sup> 张绪瑞<sup>1)</sup> 李德军<sup>2)</sup> 王明霞<sup>2)</sup>

1) 天津大学电子信息工程学院, 天津 300072)

2) 天津师范大学物理与电子信息学院, 天津 300074)

(2006 年 8 月 1 日收到, 2006 年 12 月 6 日收到修改稿)

采用电化学腐蚀制备多孔硅, 利用场致发射扫描式电子显微镜( field emission scanning electron microscope, FESEM)观测多孔硅的二维微观形貌, 利用 Nano Indenter XP 中的纳米轮廓扫描仪组件( nano profilometry, NP)得到其三维拓扑分析图像, 分析了微观结构差异的原因并讨论了多孔硅内部微观结构对其机械性能的影响; 利用 MTS Nano Indenter XP 纳米压入测量仪器, 研究了多孔硅的显微硬度和杨氏模量随压入深度的变化规律, 比较了不同孔隙率多孔硅的机械性能差别. 实验结果测得  $40 \text{ mA/cm}^2$ ,  $60 \text{ mA/cm}^2$ ,  $80 \text{ mA/cm}^2$  和  $100 \text{ mA/cm}^2$  四个不同腐蚀电流密度条件下制备多孔硅样品的孔隙率在 60%—80% 范围内, 孔隙率随着腐蚀电流密度的增加而增大; 在氢氟酸(HF)浓度为 20% 的条件下制备出多孔硅样品的厚度在  $40 \mu\text{m}$ — $50 \mu\text{m}$  范围内, 测得多孔硅的平均硬度、平均杨氏模量分别在  $0.478 \text{ GPa}$ — $1.171 \text{ GPa}$  和  $10.912 \text{ GPa}$ — $17.15 \text{ GPa}$  范围内, 并且其数值随腐蚀电流密度的增加而减小, 在纳米硬度范围内随压入深度的增加而减小, 在显微硬度范围内其数值保持相对恒定, 分析了样品表面、厚度、微观结构, 及环境对其机械性能的影响, 得到了多孔硅力学性能随其微观尺度形貌的变化规律.

关键词: 多孔硅, 微观结构, 硬度, 杨氏模量

PACC: 6220, 6140G, 6480G

## 1. 引言

近年来, 多孔硅(porous silicon, PS)以其优良性能成为 MEMS 中的新兴材料, 在 MEMS 功能结构层和牺牲层的制作中体现出其他材料无可比拟的优势. 目前, 具有微米/纳米尺度孔洞的多孔硅在各种微传感器应用中崭露头角, 例如, 运用多孔硅制作的悬浮式微热传感器<sup>[1]</sup>、以多孔硅作为基底的碳纳米管器件<sup>[2]</sup>、湿敏传感器<sup>[3]</sup>以及生物医学微传感器等<sup>[4]</sup>. 并且, 采用多孔硅技术也可以很方便的制作 SOI(silicon on insulator) 基片, 标准的 CMOS 技术如低温氧化(LTO)、化学气相沉积和退火技术都可以在厚度达  $100 \mu\text{m}$  的多孔硅层上应用<sup>[4]</sup>, 实现了工艺的兼容性.

有关多孔硅的微观结构<sup>[5]</sup>及其应用于传感器的

一些独特性能已有了一系列报道<sup>[6-8]</sup>, 可是对其力学、物理性质及其受环境影响程度的机械性能方面研究尚显不足. 尤其是在微米/纳米尺度范围内, 材料本身的力学、物理性质有显著变化, 常规条件下材料的力学性能参数已远不能满足 MEMS 芯片结构的设计要求, 因此对微米/纳米尺度多孔硅材料的力学参数进行检测是微尺度力学领域受到特别关注但又尚未有效解决的瓶颈问题<sup>[9]</sup>. 当多孔硅在 MEMS 芯片设计中作为结构层应用时, 其硬度和杨氏模量等力学参数是设计器件的必需参数, 对于器件结构的优化及性能的改进具有重大意义.

传统的材料力学性能测试设备在载荷和位移的测量精度、试样加工和装配等诸多方面远不能满足要求<sup>[10, 11]</sup>. 目前, 对微米/纳米尺度材料的力学性能研究成为热点<sup>[12]</sup>, 对其力学参数的测试方法<sup>[13]</sup>和模拟方法<sup>[14]</sup>也有很多. 应用纳米压入测量仪可以测量

<sup>\*</sup> 国家自然科学基金(批准号: 60371030)资助的课题.

<sup>†</sup> 通讯联系人. E-mail: yanghaibo23@163.com

<sup>‡</sup> E-mail: huming@tju.edu.cn

材料微小体积内或薄膜的硬度和模量,其压头压入深度的可精确到 0.2 nm,对样品表面的作用力最小仅 20 nN,如此小的压入深度和作用力使得大多数材料仍处于弹性限度内,并且对膜厚的要求大大降低,保证了测试的正确性和重复性<sup>[15]</sup>。

本实验采用电化学腐蚀制备多孔硅,利用场致发射扫描式电子显微镜(FESEM)观测多孔硅的二维微观形貌,分析了腐蚀电流密度对硅基底势垒区载流子运输的影响而导致的微观结构差异;利用 Nano Indenter XP 中的纳米轮廓扫描仪组件(nano profilometry, NP)得到其三维拓扑分析图像,讨论了多孔硅内部微观结构对其机械性能的影响;利用 MTS Nano Indenter XP 纳米压入测量仪器,采用连续刚度法(continuous stiffness measurement, CSM)进行对多孔硅的硬度和杨氏模量随压入深度变化的连续测量,研究了多孔硅的显微硬度和杨氏模量随压入深度的变化规律,比较了不同孔隙率样品的显微硬度和杨氏模量的差别;实验结果测量得到不同电流密度条件下制备多孔硅样品的孔隙率、厚度、平均硬度及杨氏模量数值,得到多孔硅微观结构与其微尺度力学性能的内在联系,为多孔硅在 MEMS 传感器中的应用提供了相关的力学性能参数。

## 2. 实验方法

实验中所用单晶硅片采用 100 晶向的单面抛光  $p^+$  型硅片,其厚度为 380—420  $\mu\text{m}$ ,电阻率  $< 0.01 \Omega \cdot \text{cm}$ 。采用双槽电化学腐蚀法进行多孔硅的制备,腐蚀电流密度分别为 40  $\text{mA}/\text{cm}^2$ , 60  $\text{mA}/\text{cm}^2$ , 80  $\text{mA}/\text{cm}^2$ , 100  $\text{mA}/\text{cm}^2$ 。氢氟酸(HF)浓度为 20%,腐蚀温度为室温,腐蚀时间均为 30 min。实验采用质量称重法测量多孔硅样品的孔隙率;多孔硅厚度测量采用 Olympus STM6-LM 型测量显微镜,精确度为 0.1  $\mu\text{m}$ ;多孔硅样品的表面微观形貌采用 JEOL JSM-6700F 型场致发射扫描式电子显微镜(field emission scanning electron microscope, FESEM)来观测,二次电子像分辨率为 1.0 nm(15 kV)和 2.0 nm(1 kV),背散射电子像分辨率为 3 nm(15 kV);多孔硅的显微硬度和杨氏模量采用美国 MTS 公司生产的纳米压入测量仪器 Nano Indenter XP 来测量,压头为三棱锥的波氏压针(berkovich tip),半锥角  $70.3^\circ$ ,压痕表面有一定的曲率存在,端部曲率半径 40 nm—50 nm,中心线和面的夹角精度  $\pm 0.025$ ,位移分辨力  $< 0.01 \text{ nm}$ ,最

大压入深度为  $> 500 \mu\text{m}$ 。实验中压入深度为 2000 nm,扫描范围为  $40 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$ ,扫描分辨力设为  $128 \times 128$ ,热漂移速率设为 0.15  $\text{nm}/\text{s}$ ,Poisson 比设为 0.25。测量得到不同电流密度条件下制备多孔硅样品的孔隙率、厚度、平均硬度及杨氏模量数值,如表 1 所示。

表 1 多孔硅样品制备条件及相应微尺度力学参数

样品号	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>
腐蚀液 HF 浓度/%	20	20	20	20
腐蚀时间/min	30	30	30	30
电流密度( $\text{mA}/\text{cm}^2$ )	40	60	80	100
孔隙率/%	60.0	68.2	72.3	78.8
厚度/ $\mu\text{m}$	53	46	41	50
硬度/GPa	1.171	0.701	0.629	0.478
杨氏模量/GPa	17.15	12.688	11.796	10.912

## 3. 实验结果及讨论

### 3.1. 多孔硅微观形貌的场发射扫描电镜分析

按照微观结构的不同,多孔硅可分为具有孔和柱状结构的大孔径多孔硅、介孔硅和纳米孔硅<sup>[16]</sup>;大孔径多孔硅是指孔径尺寸在微米数量级的多孔硅,介孔硅的孔径尺寸在 10—500 nm 之间;纳米孔硅由随机分布的纳米尺度的 Si 晶粒组成,呈现一种海绵状结构,其孔径特征尺寸在几个纳米左右。

多孔硅的微观结构对其各个方面的性能有着本质上的影响作用,如绝热性能、机械强度等性质。对于孔径尺寸从纳米至微米数量范围变化的多孔硅,其微尺度力学参数已不再是与材料的形状和尺寸无关的确定数值,而是随多孔硅的厚度、微观结构尺寸、表面形貌、环境影响等因素变化的不确定数值,即多孔硅的力学性能可以随其微观尺度形貌进行调节。

实验对 40  $\text{mA}/\text{cm}^2$ , 60  $\text{mA}/\text{cm}^2$ , 80  $\text{mA}/\text{cm}^2$ , 100  $\text{mA}/\text{cm}^2$  四个不同腐蚀电流密度条件下制备的多孔硅样品进行了表面形貌分析,得到的多孔硅样品的 FESEM 照片如图 1 所示,估测出多孔硅的孔径尺寸在 5—30 nm 范围内,属于纳米孔硅和介孔硅的混合结构。从图 1 中可以很明显地观察到,在一定的腐蚀时间(30 min)和腐蚀液浓度(20%)条件下,多孔硅样品的表面孔洞尺寸随着腐蚀电流密度的增大而增

大,当腐蚀电流密度足够大( $100 \text{ mA/cm}^2$ )时容易发生电抛光,多孔硅样品表面的孔洞较大并且很粗糙、不均匀; $80 \text{ mA/cm}^2$ 、 $60 \text{ mA/cm}^2$ 和 $40 \text{ mA/cm}^2$ 三个腐蚀电流密度条件下制备的样品表面孔洞比较致密、均匀.实验中所选用条件均为相对较大的腐蚀电流密度,会形成“树枝”状的微观结构.分析其原因认为,采用较大电流时,因为此时基体硅的相对电势较强,势垒区较窄,空穴可通过隧道效应穿过势垒参与反应.隧道效应更容易在孔的最前端发生,同时孔与孔之间的硅提供的空穴很快被耗尽,空穴主要由孔的尖端处的硅提供,因此反应基本按电流方向进行,最后形成“树枝”状的微观结构.

实验结果与国外研究结果是一致的,如图2所

示<sup>[17]</sup>,当电流密度很小( $6 \text{ mA/cm}^2$ )时,孔洞上下端直径数值相近,呈圆柱状,几乎没有树枝状的分支孔洞.随着电流密度不断增大,孔洞直径变大,分支孔洞也增加,形成的孔洞呈下端窄上端宽的梯形状,并有较多的分支孔洞.当达到更大的电流密度时(如本实验中所用),这种“树枝”状的微观结构会更加明显.

从多孔硅内部微观结构的差异可以解释其机械性能的差异性.随着腐蚀电流密度的增大,对硅基底的腐蚀不断增强,多孔硅微孔中的分支孔洞不断增多;“树枝”的分支增多,这种微观结构的变化使得多孔硅的机械强度不断下降,结论与后面的实验结果相符合.

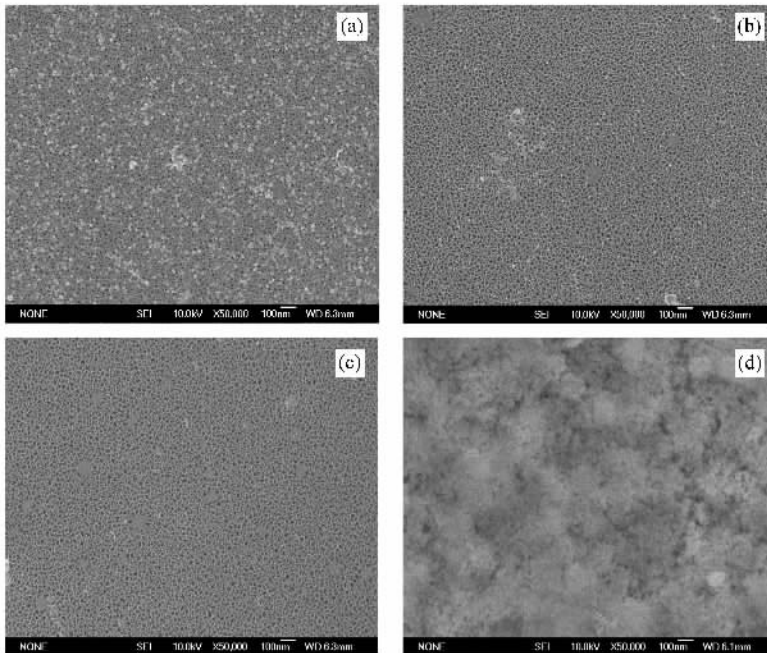


图1 不同腐蚀电流密度条件下制备多孔硅样品的表面 FESEM 照片 (a)  $40 \text{ mA/cm}^2$ ; (b)  $60 \text{ mA/cm}^2$  (c)  $80 \text{ mA/cm}^2$  (d)  $100 \text{ mA/cm}^2$

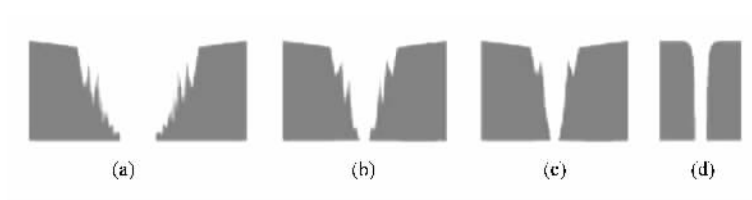


图2 不同电流密度下多孔硅孔洞形貌<sup>[17]</sup> (a)  $10 \text{ mA/cm}^2$  (b)  $9 \text{ mA/cm}^2$ ; (c)  $8 \text{ mA/cm}^2$  (d)  $6 \text{ mA/cm}^2$

### 3.2. 多孔硅表面压痕三维拓扑分析图像分析

实验采用 Nano Indenter XP 中的纳米轮廓扫描仪组件 (nano profilometry, NP) 测量得到多孔硅样品的三维拓扑分析图像如图 3 所示. NP 主要工作方式: 压针轻触样品, 驱动压电陶瓷平移台, 对样品表面进行扫描. 在整个扫描过程中, 压针和样品表面之间始终保持微小的接触力, 对扫描获得的样品表面每点的电信号进行计算机图像处理, 绘出样品表面的三维拓扑分析 (topographical analysis) 图像.  $x, y$  方向的扫描的最高分辨力为  $1024 \times 1024$ . 纳米平移台

与 XP 压针配合,  $x, y$  方向的扫描范围为  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ ,  $z$  方向的扫描深度可至约  $500 \mu\text{m}$ . 由于该工作模式在  $x, y, z$  三个方向都使用了位移传感器测量和反馈电路控制, 因此所获得的图像是高分辨力的三维定量图像. 本实验中扫描范围为  $40 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$ , 扫描分辨力设为  $128 \times 128$ . 从图 3 中的三维图像可以观察到, 随着腐蚀电流密度的增大, 多孔硅样品表面的粗糙程度逐渐增大; 另外, 随着电流密度的增大, 多孔硅样品的孔隙率逐渐增大 (数值见表 1), 孔洞从没有树枝状分支孔的圆柱状变为有较多分支孔洞的树枝状孔洞, 这与 FESEM 分析结果一致.

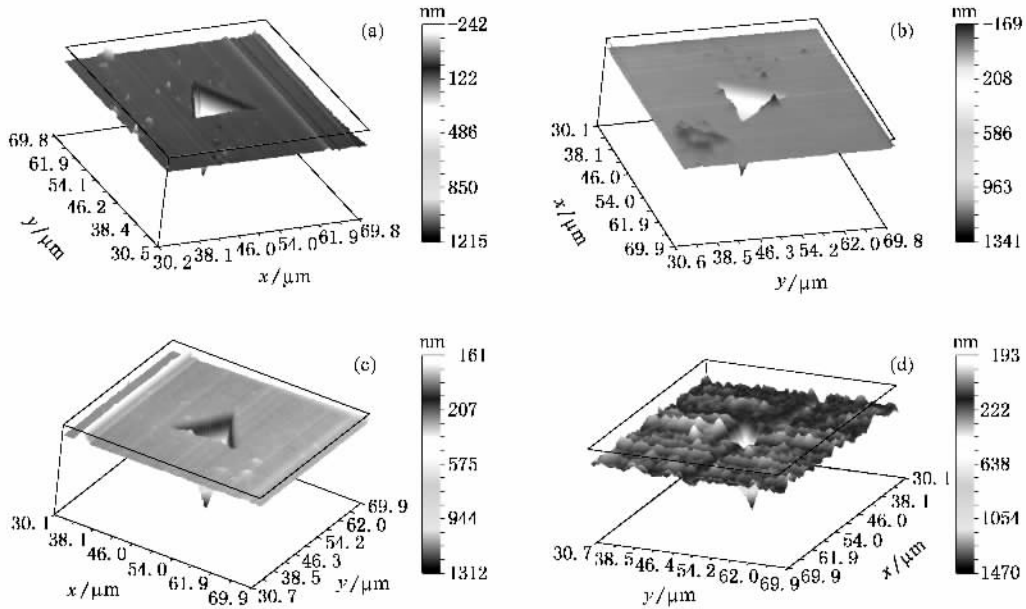


图 3 不同腐蚀电流密度条件下制备多孔硅样品的压痕三维拓扑分析图像 (a)  $40 \text{ mA/cm}^2$  (b)  $60 \text{ mA/cm}^2$  (c)  $80 \text{ mA/cm}^2$  (d)  $100 \text{ mA/cm}^2$

### 3.3. 多孔硅的显微硬度及杨氏模量随腐蚀电流密度及压入深度的变化

图 4 为不同腐蚀电流密度条件下制备多孔硅样品的硬度-深度及杨氏模量-深度曲线. 按压入硬度在  $1/10$  膜厚以内时基体对薄膜性质无影响原则, 在  $40\text{--}50 \mu\text{m}$  厚多孔硅层上, 最大压入深度为  $2 \mu\text{m}$  范围内, 1#、2#、3# 样品的硬度和模量保持稳定, 4# 样品随着压入深度的增加, 硬度和模量逐渐变大, 并接近于基体硅片的性质, 说明基体的影响逐渐变大. 分析其原因, 可能是由于大电流密度下, 多孔硅样品表面发生了部分电抛光, 而导致多孔硅层部分脱落, 使其硬度和模量数值受单晶硅基体影响比前三个样品大; 另外, 这种压入接触面积的方法对薄膜存在不

足, 考虑到测试过程中的误差, 样品表面凸起有时会低估实际的接触面积, 导致硬度和模量偏大. 虽然测试过程中存在不可避免的误差, 但是多孔硅的显微硬度和杨氏模量随着腐蚀电流密度变化的趋势是一致的.

在  $0\text{--}200 \text{ nm}$  的纳米硬度范围内, 多孔硅的硬度和模量变化规律与显微硬度范围内的变化规律有所不同 (有关压入测试的国际标准 ISO14577 划分范围: 压入深度  $h \leq 0.2 \mu\text{m}$  时为纳米硬度; 压入深度  $h > 0.2 \mu\text{m}$  时, 当载荷  $P < 2 \text{ N}$  为显微硬度, 当  $2 \text{ N} \leq P \leq 30 \text{ kN}$  时为宏观硬度). 由于样品表面状态和性质 (如表面吸湿、表面粗糙度、残余应力、凹陷和凸起变形等) 对纳米硬度范围测试结果的影响比显微硬度范围测试结果的影响的要大, 因此, 在  $200 \text{ nm}$ —

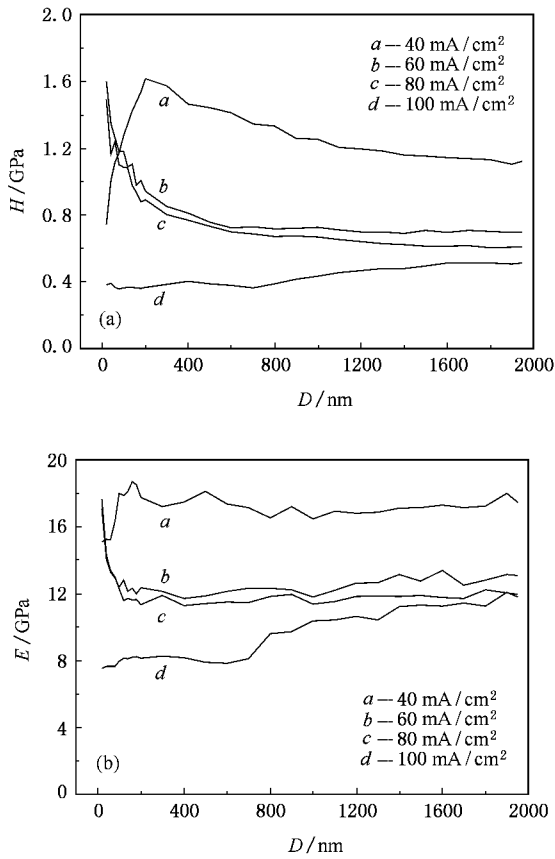


图 4 不同电流密度条件下多孔硅硬度及杨氏模量曲线 (a) 硬度曲线 (b) 杨氏模量曲线

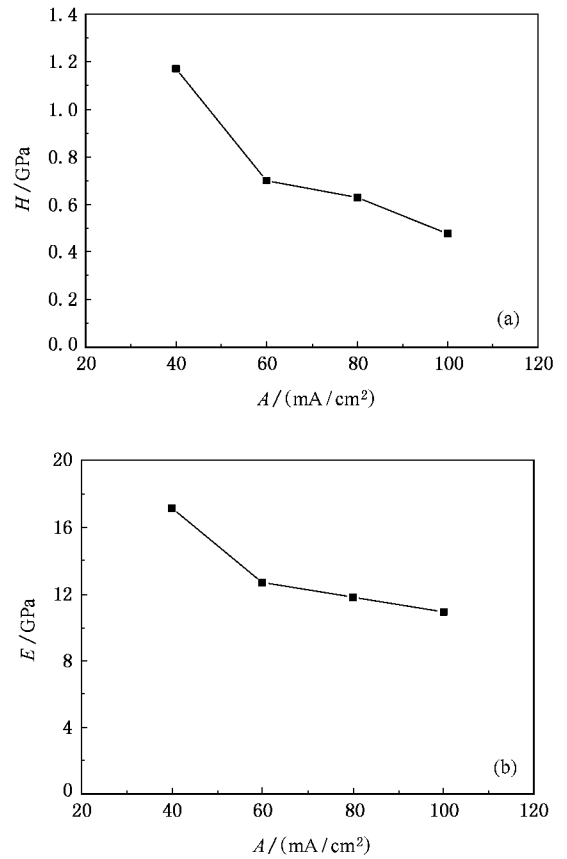


图 5 多孔硅平均硬度和杨氏模量随腐蚀电流密度的变化 (a) 硬度曲线 ;(b) 杨氏模量曲线

2000 nm 的显微硬度范围内,多孔硅硬度和杨氏模量的变化规律较为可信:1# 样品的硬度和杨氏模量最大,4# 样品的硬度和杨氏模量最小,2#、3# 的硬度和杨氏模量数值较为接近,但是还是遵循上文规律(多孔硅的硬度和杨氏模量随着腐蚀电流密度的增加而减小)。从多孔硅的微观结构角度分析其原因:由于 4 个样品的孔隙率分别为 60.0%、68.2%、72.3%、78.8%,孔隙率较小的样品(1#)硬度和杨氏模量比较大,孔隙率较大的样品(4#)硬度和杨氏模量比较小,而孔隙率较为接近的样品(2# 和 3#)硬度和杨氏模量比较接近,2# 样品(孔隙率 68.2%)的硬度和模量还是比 3# 样品(孔隙率 68.2%)要稍大一些。根据这样的规律,就可以通过控制实验条件(如腐蚀电流密度、腐蚀液浓度、腐蚀时间、硅片掺杂类型等)制备出硬度和杨氏模量不同的多孔硅,满足 MEMS 器件设计中不同结构性能要求。

图 5 表示多孔硅平均硬度和杨氏模量随腐蚀电流密度的变化曲线。可以看出,多孔硅样品的显微硬度和杨氏模量随腐蚀电流密度的增加而减小,2

μm 内的平均显微硬度从 1.171 GPa 逐渐降至 0.478 GPa,杨氏模量从 17.15 GPa 逐渐降至 10.912 GPa,相对于单晶硅片稳定的硬度和杨氏模量(分别为 12.5 GPa 和 180 GPa)要小得多。

同时,实验选用不同掺杂浓度的 p 型硅片来制备多孔硅,通过比较其孔隙率的大小来判断其机械性能的差别。由于重掺杂(p<sup>+</sup>)硅中空穴浓度比轻掺杂(p<sup>-</sup>)大而容易腐蚀,在腐蚀时间为 30 min,电流密度分别为 80 mA/cm<sup>2</sup>、40 mA/cm<sup>2</sup> 时,腐蚀 p<sup>+</sup> 型硅得到多孔硅的孔隙率分别 72.3% 和 60%,而相同条件下腐蚀 p<sup>-</sup> 型硅得到多孔硅的孔隙率为 55% 和 44%,后者的孔隙率随腐蚀电流的变化也遵循前者的变化规律,即孔隙率随着腐蚀电流密度的增加而增加,相应多孔硅的机械性能随之下降。

这说明,多孔硅的多孔性微观结构对其力学性能产生了巨大的影响作用,因此孔隙率大的多孔硅样品机械性能较差,在最大压入深度下载荷变小,但是实际应用中,常常会需要孔隙率较大、机械性能良好的多孔硅(如作为绝热层等),因此如何提高大孔

隙率多孔硅的机械稳定性是一个亟待解决的问题。

## 4. 结 论

本实验基于纳米压痕法,研究了电化学方法制备出多孔硅样品的微观形貌与其机械性能的内在联系,得到以下结论:

1. 多孔硅的孔隙率随着腐蚀电流密度的增大而增大,40 mA/cm<sup>2</sup>—100 mA/cm<sup>2</sup> 范围内,孔隙率分布在 60%—80% 之间;在腐蚀时间为 30 min 时,多孔硅厚度约为 40—50 μm,其厚度大小取决于腐蚀时间,与腐蚀电流密度大小无关。

2. 随着腐蚀电流密度的增大,多孔硅微孔中的分支孔洞不断增多,“树枝”的分支增多,因此孔隙率不断增大,表面粗糙度也随之增大,这种微观结构的

变化使得多孔硅的机械强度不断下降;在最大压入深度为 2 μm 时,最大载荷随着多孔硅孔隙率的增大而减小,即多孔硅的机械强度随之减小。

3. 多孔硅的显微硬度和杨氏模量随着腐蚀电流密度的增大而减小,四个样品的硬度和杨氏模量的平均值分别分布在 0.478 GPa—1.171 GPa 和 10.912 GPa—17.15 GPa 范围内,与单晶硅基体(硬度 12.5 GPa、杨氏模量 180 GPa)差异很大。

4. 在纳米硬度范围内,由于受到样品表面状态和性质影响较大,多孔硅的硬度和杨氏模量变化趋势与显微硬度范围有所差别;随着压入深度增加至 200 nm 以上时,多孔硅的显微硬度和杨氏模量基本保持恒定,在压入深度为 200 nm—2000 nm 范围内,测量结果受单晶硅基体的影响不大。

- [ 1 ] Tsamis C , Nassiopoulou A G , Tserepi A 2003 *Sensors and Actuators B* **95** 78
- [ 2 ] Wang R , Xu H M , Guo L Q , Liang J 2006 *Applied Surface Science* **252** 7347
- [ 3 ] Rittersma Z M , Splinter A , Bodecker A , Benecke W 2000 *Sensors and Actuators B* **68** 210
- [ 4 ] Roussel Ph , Lysenko V , Remaki B 1999 *Sensors and Actuators A* **74** 101
- [ 5 ] Lammel G , Renaud Ph 2000 *Sensors and Actuators* **85** 356
- [ 6 ] Sharma S N , Sharma P K , Lakshmikummar S T 2005 *Physica E* **28** 265
- [ 7 ] Balagurov L A , Bayliss S C , Yarkin D G , Andrushin S Y , Kasatochkin V S , Orlov A F , Petrova E A 2003 *Solid-State Electronics* **47** 65
- [ 8 ] Xu D Y , Liu Y P , He Z W 2004 *Acta Phys. Sin.* **53** 2695 ( in Chinese ) [ 徐大印、刘彦平、何志巍 2004 物理学报 **53** 2695 ]
- [ 9 ] Qian J , Liu C , Zhang D C , Zhao Y P 2001 *Mechanical Strength* **23** 394
- [ 10 ] Zhang J M , Xu K W 2004 *Acta Phys. Sin.* **53** 2439 ( in Chinese )
- [ 张建国、徐可为 2004 物理学报 **53** 2439 ]
- [ 11 ] Zhang T H 2005 *Micro/nano-Mechanics Testing Technology and Application*. ( Beijing : China Machine Press ) p4 ( in Chinese ) [ 张泰华 2005 微/纳米力学测试技术及其应用(北京:机械工业出版社)第4页 ]
- [ 12 ] Liu L , Sun M , Chen Q , Liu B , Qiu C L 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 1930 ( in Chinese ) [ 柳林、孙民、谌祺、刘兵、邱春雷 2006 物理学报 **55** 1930 ]
- [ 13 ] Ruan Y , Huan Y , Zhang D C , Zhang T H , Wang Y Y 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 2234 ( in Chinese ) [ 阮勇、郇勇、张大成、张泰华、王阳元 2006 物理学报 **55** 2234 ]
- [ 14 ] Li Y , Song J , Zhang Z M 2003 *Chinese Physics* **12** 1187
- [ 15 ] Yan X J , Hermann 2003 *Vacuum Electronics* **3** 22 ( in Chinese ) [ 严学俭、Hermann 2003 真空电子技术 **3** 22 ]
- [ 16 ] Jae D C , Massoud K 2000 *International Journal of Heat and Mass Transfer* **43** 521
- [ 17 ] Kurowski A , Schultze J W , Luth H , Schoning M J 2002 *Sensors and Actuators B* **83** 12

# Nanoindentation investigation of the hardness and Young's modulus of porous silicon depending on microstructure<sup>\*</sup>

Yang Hai-Bo<sup>1)†</sup> Hu Ming<sup>1)‡</sup> Zhang Wei<sup>1)</sup> Zhang Xu-Rui<sup>1)</sup> Li De-Jun<sup>2)</sup> Wang Ming-Xia<sup>2)</sup>

<sup>1</sup> *School of Electronic Information Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China*

<sup>2</sup> *College of Physics and Electronic Information, Tianjin Normal University, Tianjin 300074, China*

(Received 1 August 2006; revised manuscript received 6 December 2006)

## Abstract

In this paper, porous silicon (PS) was prepared by electrochemical etching method, its two-dimensional microstructure was observed by field emission scanning electron microscope (FESEM) and the three-dimensional topological image of PS was captured by Nano-Profilometry (NP), thus the reason for the difference of PS microstructures was discussed and the effect of microstructure on its mechanical property was investigated. Using MTS Nano Indenter XP, the relationship between hardness and Young's modulus and the indentation displacement was studied and the mechanical property of PS with various porosities was compared. The experimental result showed that the porosity of PS prepared under various etching current densities (40, 60, 80 and 100 mA/cm<sup>2</sup>) ranges from 60%—80%, which is increasing with the rising etching current density. The thickness of PS prepared under 20% HF is approximately 40—50 μm; the average value of hardness and Young's modulus of PS ranges from 0.478 GPa—1.171 GPa and 10.912 GPa—17.15 GPa, respectively; and the values decrease with the etching current density rising, and decrease or keep constant with the displacement increasing in the range of nano-hardness and micro-hardness, respectively. The impact on PS mechanical property of its surface condition, thickness, microstructure and environment was analyzed and the relationship between PS mechanical property and microstructure was obtained.

**Keywords:** porous silicon, microstructure, hardness, Young's modulus

**PACC:** 6220, 6140G, 6480G

<sup>\*</sup> Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 60371030).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: yanghaibo23@163.com

<sup>‡</sup> E-mail: huming@tju.edu.cn