

文章编号: 1001-4888(2012)01-0001-09

# 硅基底多层薄膜结构材料残余应力的微拉曼测试与分析\*

邓卫林<sup>1</sup>, 仇巍<sup>1</sup>, 焦永哲<sup>1</sup>, 张青川<sup>2</sup>, 亢一澜<sup>1</sup>

(1. 天津大学, 天津市现代工程力学重点实验室, 天津 300072;

2. 中国科学技术大学, 中科院材料力学行为和设计重点实验室, 合肥 230027)

**摘要:** 针对 MEMS 器件制备中两种典型的硅基底多层薄膜结构的残余应力问题, 本文提出了利用微拉曼光谱技术测量其残余应力的方法, 分析并给出了硅基底多层薄膜结构中的残余应力分布规律。实验结果表明, 在硅基底和薄膜内存在较大的工艺残余应力, 残余应力在基底内靠近薄膜两侧部分呈非线性变化, 在基底内主要呈线性变化, 并引起基底整体翘曲。基于实验结果分析, 提出了硅基底多层薄膜结构的分层结构模型。本文工作表明微拉曼光谱技术是测量与研究硅基底多层薄膜结构残余应力的一种有力手段。

**关键词:** 多层薄膜; 硅基底; 残余应力; 分层结构模型; 微拉曼光谱

**中图分类号:** O348.1      **文献标识码:** A

## 0 引言

微机电系统(MEMS)器件已广泛应用于传感、检测、通信、生物医学等领域, 其中硅基底多层薄膜结构是 MEMS 器件的重要组成部分<sup>[1,2]</sup>。由于硅基底多层薄膜结构具有的材料性质失配、小尺度特点, 制备中经历温度变化等工艺流程, 必然会引起结构内工艺残余应力的产生<sup>[3]</sup>, 并可能引起结构翘曲、层裂、龟裂以及失效, 降低了 MEMS 器件的工作可靠性<sup>[4]</sup>。因此, 有效测量硅基底多层薄膜结构的残余应力, 研究其分布规律, 对改进多层薄膜结构工艺提高器件质量具有重要的意义。

硅基底多层薄膜结构中的工艺残余应力主要源于不同薄膜材料之间以及薄膜与硅基底之间的材料性质错配, 如热膨胀系数的差异, 材料自身存在的晶格错配、参杂、缺陷以及相变等<sup>[4,5]</sup>。目前, 常用的薄膜结构残余应力测量方法是基片曲率光测法和 X-射线衍射法(XRD)。曲率光测法是测量基片弯曲变形, 理论依据是 Stoney 公式<sup>[6]</sup>。相关的主要工作有: 邸玉贤等<sup>[7]</sup>利用曲率法测量了电化学腐蚀多孔硅薄膜结构的残余应力; 虞益挺等<sup>[8]</sup>利用有限元方法对 Stoney 公式及其修正式给出的残余应力测量精度进行了分析, 指出曲率测量技术存在曲率空间分布不均匀性现象。XRD 技术通过测量晶格间距的变化实现对多层薄膜结构应力以及残余应力的检测。主要相关工作有: S. Doyle 等<sup>[9]</sup>采用 XRD 应力测量技术研究了 Ni-Mn-Ga 薄膜的残余应力, 认为残余应力的大小与基底和薄膜的厚度有关。O. Kraft 等<sup>[10]</sup>利用 XRD 方法测量了 Al 和 Au 薄膜在热失配和微拉伸加载条件下的应力。B. Kampfe<sup>[11]</sup>采用 XRD 方法研究了多层集成微系统的残余应力。上述方法中, 曲率法是目前常用的一种近似测量方法, 它不适用于多层薄膜结构和局部应力大等情况; XRD 技术目前的分辨率与测量精度还难以满足多层薄

\* 收稿日期: 2011-12-16; 修订日期: 2012-03-7

基金项目: 国家自然科学基金项目(No. 10232030, No. 11002097)资助

通讯作者: 亢一澜, 天津大学教授, 博士生导师。主要研究方向为光力学与光谱力学测量技术、实验数据分析方法。

膜结构残余应力的测量需求。

近年来,基于微拉曼光谱的残余应力测量技术发展较快,它具有在线、无损、快速、空间分辨率高( $1\mu\text{m}$ )等特点。主要相关的工作有:Kang 和 Lei 等<sup>[12-15]</sup>将微拉曼光谱法用于多孔硅薄膜的残余应力测量,给出了残余应力的分布。在文献[15]中,Li 等针对多孔硅的横观各向同性的材料力学特性,推导建立了相应的拉曼应力测量公式,给出拉曼频移与应力之间的定量关系以及拉曼频移应力因子。Chen 等<sup>[16]</sup>利用拉曼光谱技术研究了背向打磨引起硅晶圆的损伤和应力问题,并提出了“指数衰减模型”描述晶圆在沿其厚度方向的应力分布。

本文以 MEMS 器件制备中两种典型的硅基底多层薄膜结构为研究对象,提出了利用微拉曼光谱技术测量多层薄膜结构残余应力的方法,分析并给出了残余应力的分布规律,最后根据实验结果提出了硅基底多层薄膜结构的分层结构模型。

## 1 微拉曼实验与试件

### 1.1 微拉曼光谱力学测量的基本原理

微拉曼光谱力学测量是以拉曼效应为基础的一种光学测量方法。一定频率的入射光与被测物中的声子相互作用而发生能量交换,从被测物散射回来的拉曼散射光包含了物质晶格振动能级的信息,晶格的变化(如变形、缺陷、相变等)会影响晶格振动,并引起拉曼光谱的特征峰的变化。因此通过拉曼光谱频移量可以实现力学量的测量。

以单晶硅为例,单晶硅零应力的拉曼光谱峰频移位置在  $520\text{cm}^{-1}$ ,如图 1 所示。当样品处于沿  $[100]$  方向的单向应力  $\sigma$  状态时,采用硅(001)表面的背向散射方式测得拉曼光谱峰频移  $\omega$ ,拉曼频移与应力之间有如下关系<sup>[17]</sup>:

$$\sigma = -435(\omega - 520) \quad (\text{MPa}) \quad (1)$$

因此,通过测量样品变形前后拉曼特征峰的频移增量,就可实现对样品应力、应变以及变化趋势的定量分析。

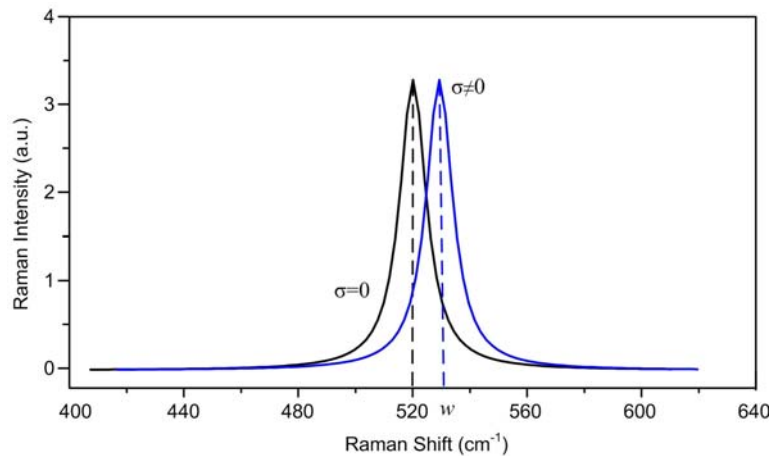


图 1 单晶硅典型的拉曼特征峰及应力导致的拉曼特征峰频移

Fig. 1 Typical Raman spectroscopy of single crystal Si and Raman shift caused by stress

### 1.2 硅基底多层薄膜结构试件

本实验采用了两种典型的硅基底多层薄膜结构试件,分别如下。

试件 A 为硅基  $\text{SiO}_2$  薄膜试件,其制备工艺为:将  $[100]$  晶向单晶硅片清洗后,采取干法热氧化 ( $1100^\circ\text{C}$ ) 在基底表面形成  $\text{SiO}_2$  薄膜。图 2(a) 和 (b) 是试件 A 横截面的显微光学形貌。试件 A 两侧氧化形成了  $\text{SiO}_2$  薄膜。其中一侧因与氧气接触充分,形成的  $\text{SiO}_2$  薄膜厚度可控制且较均匀,是样品的加工面,其厚度  $d_1 \approx 1\mu\text{m}$ ,如图 2(a);另一侧与氧气接触不充分,生成  $\text{SiO}_2$  薄膜较薄且不均匀,是样品的非加工面,其厚度  $d_2 < 1\mu\text{m}$ ,如图 2(b)。

试件 B 为硅基 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜试件,其制备工艺是在试件 A 的基础上再采用化学蒸发镀膜(CVD)技术在 SiO<sub>2</sub> 薄膜表面蒸镀 0.1 μm Cr 缓冲层和 0.3 μm 的 Au 薄膜,形成硅基 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜。试件 B 的显微照片如图 2(c) 所示。在光学显微镜下可分辨所镀的金属层,但因显微镜精度限制而难以估计其厚度。

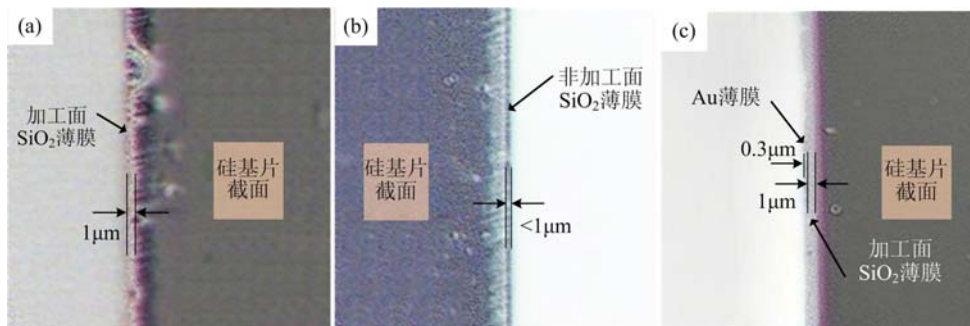


图 2 硅基薄膜样品横截面显微光学照片 a-b) 硅基 SiO<sub>2</sub> 薄膜,c) 硅基 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜

Fig. 2 Cross section micrograph of film-substrate a-b) SiO<sub>2</sub> film-Si substrate and c) Au/SiO<sub>2</sub> film-Si substrate

若制膜工艺过程导致了硅基底多层薄膜结构存在过大的工艺残余应力,当硅基底被逐渐腐蚀减薄到十几 μm 时整体结构会发生卷曲;完全去除硅基底后,所剩余的 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜呈现褶皱失稳,如图 3 所示。

本文采用微拉曼光谱技术针对硅基 SiO<sub>2</sub> 薄膜结构和硅基 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜结构沿厚度方向的残余应力分布进行了实验分析。

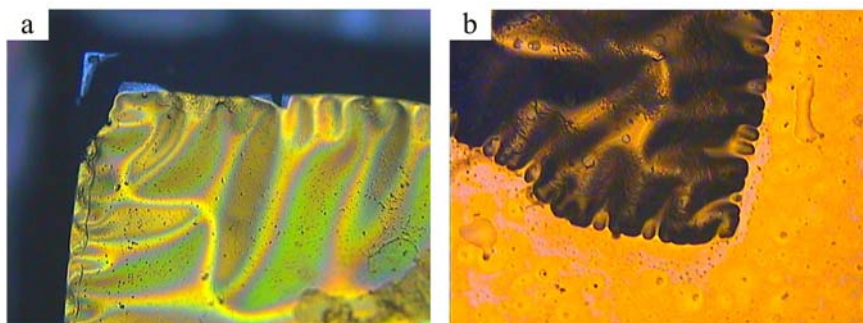


图 3 腐蚀硅基底后的 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜 a) SiO<sub>2</sub> b) Au

Fig. 3 Au/SiO<sub>2</sub> film after the corrosion of Si substrate a) SiO<sub>2</sub> b) Au

### 1.3 微拉曼实验

微拉曼实验采用英国 Ranishaw 公司生产的 RM2000 显微共焦拉曼光谱系统。选用 514nm Ar<sup>+</sup> 激光器,其输出功率 23mW,采集功率 10%;背反式采集拉曼数据,50×物镜,入射光斑直径 2 μm,采集积分时间 3s,采样波数范围 100~1000cm<sup>-1</sup>。实验采用拉曼线扫描模式,对试件横截面沿厚度方向按步长为 1 μm 进行逐点扫描(如图 4(a))。其中, x 方向设为样品横截面沿厚度纵深方向,扫描点的起始点为试件横截面加工面的边缘。实验从 Au 膜侧较为平整的位置沿厚度纵深方向进行 Mapping 扫描,扫描深度为 100 μm,如图 4(b)所示。

## 2 实验结果与残余应力计算

结合上述硅基 SiO<sub>2</sub> 薄膜结构和硅基 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜结构的微拉曼实验测量结果,本文对薄膜和基底内部的工艺残余应力进行了分析计算。

### 2.1 硅基 SiO<sub>2</sub> 薄膜结构的残余应力

首先对硅基 SiO<sub>2</sub> 薄膜结构(即试件 A)的残余应力分布进行分析。图 5 给出的是试件 A 横截面上拉曼频移沿厚度方向的分布。由于热氧化 SiO<sub>2</sub> 呈不定形态,所获得的实验数据主要源于硅基底的拉曼

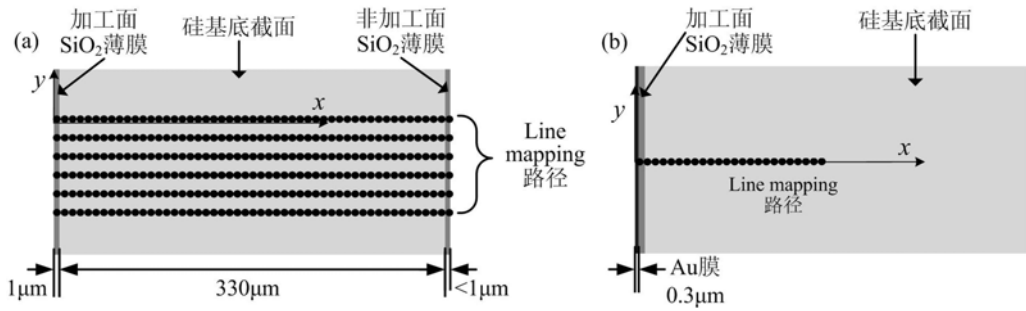


图4 微拉曼光谱实验扫描路径示意图(采样点光斑直径  $2\mu\text{m}$ , 采样点扫描步长为  $1\mu\text{m}$ )

Fig. 4 Schematic of Raman mapping experiment (with a laser spot size of  $2\mu\text{m}$  and scanning interval of  $1\mu\text{m}$ )

信息。由实验数据可知,沿基底厚度方向的拉曼频移呈三个明显特点:在基底横截面的中间大部分区域,拉曼频移近似呈线性分布,表明基底整体存在弯曲变形;在基底两侧,从基底加工面边界到基底内部约  $10\mu\text{m}$  深度的范围(区域 I)以及从基底非加工面边界到基底内部约  $15\mu\text{m}$  深度的范围(区域 II)频移急剧变化并呈明显的非线性;此外,在样品横截面中部一段(自加工面深度大约  $100\sim 150\mu\text{m}$ , 区域 III)的拉曼频移呈局部不规则变化。针对以上频移分布特点,本文对实验结果进行以下拟合处理。

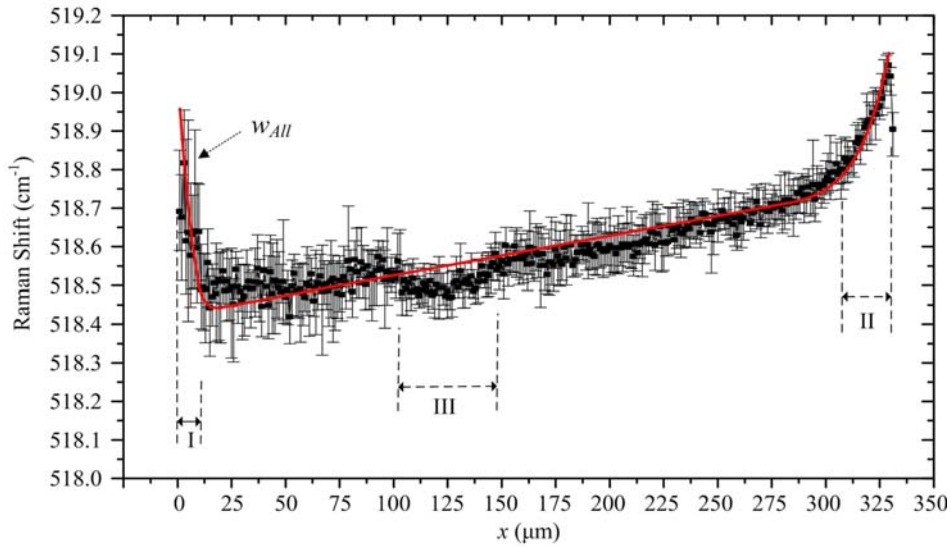


图5 硅基  $\text{SiO}_2$  薄膜(样品 A)横截面沿基底厚度方向拉曼频移分布实验结果及数据拟合(误差线表示偏离平均值的上下限)

Fig. 5 The raw data (black solid box) and fitting result (red line) of Raman frequency distribution in the cross section of  $\text{SiO}_2$  film-Si substrate (Sample A) along  $x$  axis (the error bars represent the upper and lower limits deviated from the average Raman shift)

首先,分析基底的整体翘曲变形,暂不考虑局部区域 I、II、III,对图 5 实验数据中的近似线性部分进行拟合,其结果为:

$$\omega_{\text{Line}}(x) = 518.45 + 9.04 \times 10^{-4} x \quad (\text{cm}^{-1}) \quad (2)$$

然后,采用“指数衰减模型”方法<sup>[16]</sup>对图 5 实验数据中的两侧非线性变化区域频移数据进行拟合分析:

$$\begin{aligned} \text{区域 I: } \omega_1(x) &= 0.53 e^{-\frac{x-1}{3.52}} \quad (\text{cm}^{-1}) \\ \text{区域 II: } \omega_2(x) &= 0.42 e^{-\frac{x-328}{25.48}} \quad (\text{cm}^{-1}) \end{aligned} \quad (3)$$

对于区域 III,频移数据呈波动现象,表明可能存在晶体缺陷或杂质。考虑到该区域两端频移数据

保持连续性, 本文认为该区域的缺陷或杂质没有对样品的整体翘曲和薄膜工艺残余应力分布产生明显影响。

综上分析, 试件 A 横截面拉曼频移分布的总拟合结果是横截面中段线性变化部分和两侧非线性变化部分拟合结果的叠加, 如图 5 中实线所示。

$$\omega_{Al}(x) = \omega_{line}(x) + \omega_1(x) + \omega_2(x) = 518.45 + 9.04 \times 10^{-4}x + 0.53e^{-\frac{x-1}{3.52}} + 0.42e^{-\frac{x-328}{25.58}} \quad (\text{cm}^{-1}) \quad (4)$$

通过以上实验结果分析, 本文得到了硅基  $\text{SiO}_2$  薄膜结构横截面上的拉曼频移分布规律  $\omega_{Al}$ 。将  $\omega_{Al}$  代入单晶硅材料的拉曼频移与应力关系式(1), 可获得硅基底横截面上的残余应力分布:

$$\sigma_{Al} = -435 \cdot (518.45 + 9.04 \times 10^{-4}x + 0.53e^{-\frac{x-1}{3.52}} + 0.42e^{-\frac{x-328}{25.48}} - \omega_b) \quad (\text{MPa}) \quad (5)$$

分析基底两侧薄膜内部的平均工艺残余应力, 薄膜内残余应力与基底内残余应力应该满足平衡关系, 即:

$$\begin{aligned} \sum N &= \sigma_1 d_1 + \sigma_2 d_2 + \int_0^{330} 435(\omega_{Al} - \omega_b) dx = 0 \\ \sum M|_{x=0} &= \sigma_1 d_1 \frac{d_1}{2} + \sigma_2 d_2 (330 + \frac{d_2}{2}) + \int_0^{330} 435x \cdot (\omega_{Al} - \omega_b) dx \end{aligned} \quad (6)$$

其中,  $N$  为合力;  $M$  为合力矩;  $\sigma_1$  和  $\sigma_2$  分别为加工面和非加工面薄膜内部的平均残余应力;  $\omega_b$  为单晶硅的基准零应力频移;  $d_1$  和  $d_2$  为加工面和非加工面薄膜的厚度。对于本文试件, 已知加工面薄膜厚度  $d_1 = 1\mu\text{m}$ , 非加工面薄膜厚度  $d_2 < 1\mu\text{m}$ 。

由公式(6)可知, 通过代入加工面和非加工面薄膜的厚度 ( $d_1$ 、 $d_2$ ) 以及基准零应力频移 ( $\omega_b$ ) 可获得加工面和非加工面薄膜内部的平均残余应力 ( $\sigma_1$ 、 $\sigma_2$ )。本实验因没有获得同批的原硅片样品而无法获得原始基准零应力频移  $\omega_b$ 。因此, 取与本文实验所用材料相同类型和相同材料参数的单晶硅片, 在无外力载荷条件下采集拉曼散射数据, 采样点  $> 500$  个, 获得平均频移值为  $518.685\text{cm}^{-1}$ , 作为本文试件的  $\omega_b$ 。分别取非加工面薄膜厚度  $d_2$  为  $0.5\mu\text{m}$  和  $0.8\mu\text{m}$ , 根据公式(6)计算加工面和非加工面薄膜内部的平均残余应力值, 计算结果如表 1 所示。

表 1 零应力频移和  $\text{SiO}_2$  薄膜残余应力

Tab. 1 Zero-Stress Raman frequency of Si and residual stress of  $\text{SiO}_2$  film

非加工面薄膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	零应力频移 $\omega_b$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	加工面薄膜应力 $\sigma_1$ (MPa)	非加工面薄膜应力 $\sigma_2$ (MPa)
$d_2 = 0.5$	518.685	-1197	-824
$d_2 = 0.8$	518.685	-796	-698

由表 1 可见, 热氧化工艺在薄膜和基底中引入了不可忽视的残余应力: 对于薄膜而言, 残余应力均为压应力; 对于基底而言, 残余应力导致基底整体上呈现较为显著的翘曲, 平面假定在截面大部分区域成立; 在基底靠近界面的局部区域内应变呈梯度变化, 可用指数函数来描述其变化趋势, 平面假定在此局部区域不再成立。

## 2.2 硅基 Au/ $\text{SiO}_2$ 薄膜结构的残余应力分析

图 6 给出的是试件 B 横截面上拉曼频移沿基底厚度方向的分布。与硅基  $\text{SiO}_2$  薄膜结构的拉曼实验结果类似, 横截面上频移分布在大部分区域呈线性变化, 但在靠近薄膜一侧呈非线性变化。采用线性函数和指数函数模型对频移数据进行拟合, 其结果为:

$$\omega_{Al}(x) = 518.50 + 9.64 \times 10^{-4}x + 0.34e^{-\frac{x-0.88}{4.39}} \quad (\text{cm}^{-1}) \quad (7)$$

将试件 A 和试件 B 拉曼频移的拟合结果进行比较发现, 二者的应变梯度变化范围基本一致, 但拉曼频移变化率发生了改变。线性变化部分的拉曼频移变化率由  $9.06 \times 10^{-4}$  增加到  $9.64 \times 10^{-4}$ , 说明基底的整体翘曲程度增加了 6.4%, 反映 CVD 镀 Au 工艺在薄膜内引入了一定的残余(压)应力。在非线性变化区域, CVD 镀 Au 膜试件在靠近薄膜侧的应变梯度变化幅值较小。

通过以上分析结果, 本文认为基底和薄膜中的残余应力大部分是由干法热氧化工艺所引入, 其余部

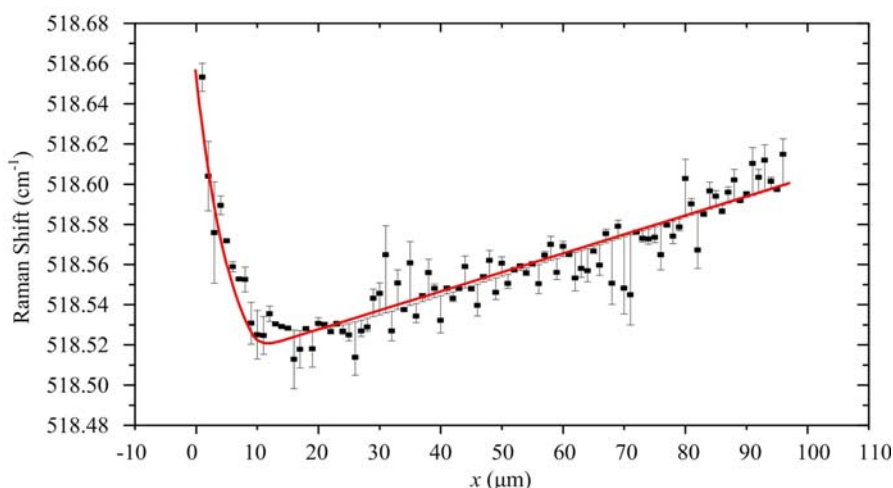


图6 硅基 Au/SiO<sub>2</sub> 薄膜结构(试件 B) Au 膜侧横截面拉曼频移  
实验数据和拟合结果(误差线表示偏离平均值的上下限)

Fig. 6 The raw data (black solid box) and fitting result (red line) of Raman frequency distribution in the cross section of Au/SiO<sub>2</sub> film-Si substrate (Sample B) along  $x$  axis (the error bars represent the upper and lower limits deviated from the average Raman shift)

分源于 CVD 镀膜工艺。从干法热氧化硅工艺机理和流程上看,薄膜内的残余应力是本征应力和热应力的累加。硅晶片表面热氧化过程中,样品中引入了大量的氧原子,计算 Si 与 SiO<sub>2</sub> 的密度及对应的分子量, Si 转化成 SiO<sub>2</sub> 后体积会膨胀到原来的 2.22 倍。受到基底的束缚,这部分体积的膨胀主要体现在厚度方向,导致了所生成的 SiO<sub>2</sub> 薄膜内部存在残余应力。同时,采用干法热氧化制作 SiO<sub>2</sub> 薄膜时试件温度保持在 1100℃,氧化后退火降温。由表 2 可知, Si 的热膨胀系数比 SiO<sub>2</sub> 的热膨胀系数大。因此,退火过程在薄膜与硅基底中引入了不可忽视的残余应力。

表 2 Si、SiO<sub>2</sub> (热氧化) 和 Au 的物理性质

Tab. 2 Physical properties of Si, SiO<sub>2</sub> (thermal-oxidation) and Au

材料	杨氏模量 (GPa)	热膨胀系数 (10 <sup>-6</sup> /K)				
		273K	400K	600K	800K	1073K
Si	130 (100)	2.60	3.22	3.80	4.17	4.40
	169 (110)					
	189 (111)					
SiO <sub>2</sub>	73	273K	1073K			
		0.5	1.80			
Au	795	273K				
		14.6				

### 3 实验分析与讨论

基于上述实验结果,本文提出了硅基底多层薄膜结构的分层结构模型(如图 7)。从结构的表面依次为: SiO<sub>2</sub> 薄膜、薄膜基底界面层、基底材料应变梯度变化层以及应变线性变化区,详细分析如下。

#### 3.1 薄膜基底界面层

受热氧化工艺影响,在 SiO<sub>2</sub> 薄膜与硅基底之间存在具有一定厚度的界面层,其形成过程与干法热氧化机理有关。在高温环境下,单晶硅基底的 Si-Si 键发生断裂,晶格不断被破坏以至于出现逐渐多晶化、形成纳晶甚至不定形态,产生大量的 Si-悬键;氧原子进入硅晶格的空穴,与 Si-悬键结合成 Si-O 键。

这一随机结合过程导致在 SiO<sub>2</sub> 薄膜和硅基底之间形成一定厚度的界面层, 本文称之为薄膜基底界面层 (也称为材料过渡层)。

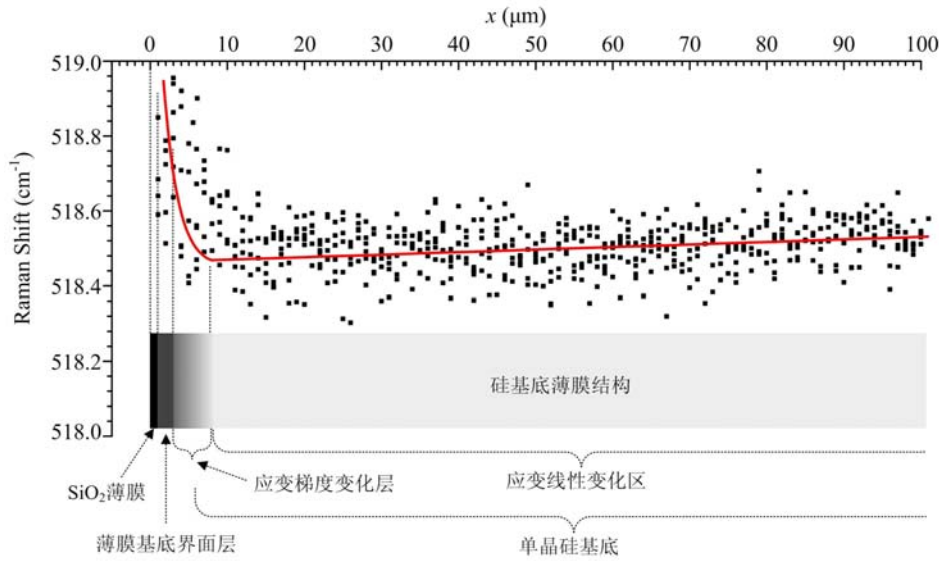


图 7 热氧化硅基底分层结构模型示意图

Fig. 7 Schematic of the stratification structure model in thermal-oxidation Si substrate

本文首先从样品的光学形貌特征对界面层进行了初步分析。在光学显微镜下, 试件 A 和试件 B 的薄膜和基底因颜色不同可以分辨(如图 2)。在基底内部靠近界面 2 $\mu\text{m}$  左右的部分材料颜色不均匀, 初步分析为 SiO<sub>2</sub> 薄膜与硅基底之间的界面层。拉曼实验结果进一步验证了薄膜基底界面层的存在。一般而言, 拉曼光谱的半高宽(FWHM)反映了样品的晶相品质。若材料晶相单纯、晶向同一, 获得的半高宽大小保持稳定; 若材料晶相出现变化、损伤, 发生晶粒细化甚至出现多晶, 晶向不再同一, 将会导致光谱半高宽增大。图 8 给出的是试件 A 中区域 II 的拉曼光谱半高宽分布。在大多数区域半高宽保持在 3.5 $\text{cm}^{-1}$  左右, 与单晶硅的拉曼光谱半高宽的理论值吻合, 表明材料为单晶态; 但是在临近基底边界部分约 2 $\mu\text{m}$  左右范围内, 半高宽增大, 表明该处材料不再是单纯的规整的单晶硅。

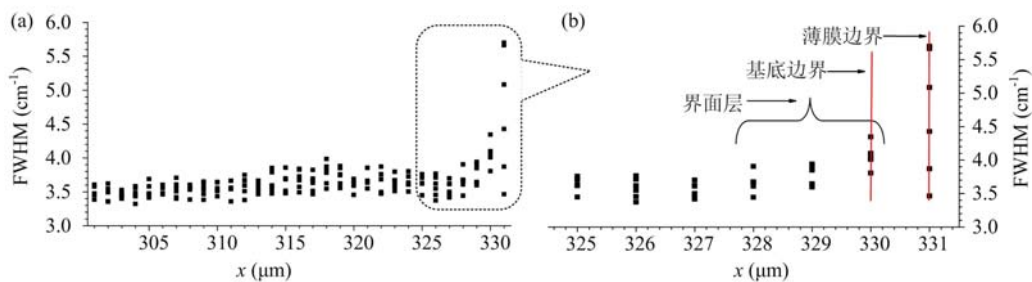


图 8 热氧化硅基底截面边缘附近拉曼半高宽分布图

Fig. 8 Distribution of FWHM of Raman spectroscopy at the edge of cross section in thermal-oxidation Si substrate

薄膜基底界面层的厚度受单晶硅材料成分、晶向和热氧化工艺类型(干法或湿法)及参数(温度、氧气压等)等工艺因素的影响。考虑到拉曼实验中激光斑点直径为 2 $\mu\text{m}$ , 因此本文估计界面层的实际厚度在 2 $\mu\text{m}$  范围内。

### 3.2 硅基底的应变梯度变化层

实验表明, 在硅基底两侧内部临近边界位置的拉曼频移呈非线性变化; 此外, 该区域的拉曼光谱半高宽保持稳定(如图 8)。从图 2 看, 此区域材料颜色均匀, 说明此区域的材料为单晶硅, 但应变分布规律符合指数函数模型。本文称该区域为热氧化硅基底的应变梯度变化层。在该层内材料单一, 但应变

呈梯度变化,平面假定不再成立,其厚度在  $10\mu\text{m}$  范围内。在材料表面或异质材料界面存在应变梯度过渡现象也在其它研究中被发现,如单晶硅器件加工成晶片成品的工艺过程(如表面抛光)也能够导致晶片内呈现相似的现象<sup>[16]</sup>。

## 4 结论

(1) 提出了利用微拉曼光谱技术测量硅基底多层薄膜结构残余应力的实验方法,表明微拉曼光谱技术能够有效地实现硅基底多层薄膜结构残余应力的测量。

(2) 针对硅基  $\text{SiO}_2$  薄膜结构和硅基  $\text{Au}/\text{SiO}_2$  薄膜结构两种典型硅基底多层薄膜试件,测量并分析了基底材料中的残余应力分布规律并反推计算了薄膜内应力。在硅基底和薄膜内存在较大的工艺残余应力,且残余应力在基底内靠近薄膜两侧部分呈非线性变化,在基底内中段部分呈线性变化,并引起基底整体上较为显著的翘曲;对于薄膜而言,残余应力均为压应力。

(3) 提出了硅基底多层薄膜结构的分层结构模型,包括薄膜、界面层、基底材料应变梯度变化层以及应变线性变化层等。但基底材料中应变梯度变化层产生的力学机理尚需更进一步的实验验证和理论解释。

**致谢:** 本文工作受到国家自然科学基金项目(No. 10232030, No. 11002097)资助。

## 参考文献:

- [1] 李凯, 刘红, 张青川 等. 利用微悬臂梁表面应力研究聚 N-异丙基丙烯酰胺分子链的折叠构象转变[J]. 物理学报, 2006, 55(8): 4111—4116 (LI Kai, LIU Hong, ZHANG Qingchuan, et al. Investigation of conformation transition of poly(N-isopropylacrylamide) by surface stress detection using micro-cantilever[J]. Acta Physica Sinica, 2006, 55(8): 4111—4116(in Chinese))
- [2] 缪正宇, 张青川, 陈大鹏 等. 双材料微梁阵列室温物体红外成像[J]. 物理学报, 2006, 55(7): 3208—3214 (MIAO Zhengyu, ZHANG Qingchuan, CHEN Dapeng, et al. Bi-material microcantilever array room-temperature IR imaging[J]. Acta Physica Sinica, 2006, 55(7): 3208—3214 (in Chinese))
- [3] Spearing S M. Materials issues in microelectromechanical systems (MEMS)[J]. Acta Materialia, 2000, 48(1): 179—196.
- [4] 朱长纯, 赵红坡, 韩建强 等. MEMS 薄膜中的残余应力问题[J]. 微纳电子技术, 2003, 40(10): 30—34 (ZHU Changchun, ZHAO Hongpo, HAN Jianqiang, et al. The residual stresses in MEMS thin films [J]. Micronanoelectronic Technology, 2003, 40(10): 30—34(in Chinese))
- [5] 钱劲, 刘激, 张大成 等. 微电子机械系统中的残余应力问题[J]. 机械强度, 2001, 23(4): 393—401 (QIAN Jin, LIU Cheng, ZHANG Dacheng, et al. Residual stresses in micro-electro-mechanical systems [J]. Journal of Mechanical Strength, 2001, 23(4): 393—401(in Chinese))
- [6] Stoney G G. The tension of metallic films deposited by electrolysis[J]. London, Proc. Roy. Soc., 1909, 82: 172—175.
- [7] 邸玉贤, 计欣华, 胡明 等. 基片曲率法在多孔硅薄膜残余应力检测中的应用[J]. 物理学报, 2006, 55(10): 5451—5454 (DI Yuxian, JI Xinhua, HU Ming, et al. Residual stress measurement in porous silicon thin film by substrate curvature method[J]. Acta Physica Sinica, 2006, 55(10): 5451—5454(in Chinese))
- [8] 虞益挺, 苑伟政, 乔大勇. 曲率测量技术在微机电系统薄膜残余应力测量中的应用[J]. 机械工程学报, 2007, 43(3): 78—81 (YU Yiting, YUAN Weizheng, QIAO Dayong. Application of curvature measurement technique for measuring residual stresses in MEMS thin films[J]. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2007, 43(3): 78—81(in Chinese))
- [9] Doyle S, Chernenko V A, Besseghini S, et al. Residual stress in Ni-Mn-Ga thin films deposited on different substrates[J]. European Physical Journal-Special Topics, 2008, 158: 99—105.
- [10] Kraft O, Hommel M, Arzt E. X-ray Diffraction as a Tool to Study the Mechanical Behaviour of Thin Films[J]. Materials Science and Engineering A, 2000, 288(2): 209—216.
- [11] Kampfe B. Investigation of residual stresses in microsystems using X-ray diffraction[J]. Materials Science and Engineering A, 2000, 288(2): 119—125.



- [12] Lei Z K, Kang Y L, Cen H, et al. Residual stress on surface and cross-section of porous silicon studied by micro-Raman spectroscopy[J]. Chinese Physics Letters, 2005, 22(4): 984–986.
- [13] Kang Y L, Qiu Y, Lei Z K, et al. An application of Raman spectroscopy on the measurement of residual stress in porous silicon[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2005, 43(8): 847–855.
- [14] Lei Z K, Kang Y L, Hu M, et al. An Experimental Analysis of Residual Stress Measurements in Porous Silicon Using Micro-Raman Spectroscopy[J]. Chinese Physics Letters, 2004, 21(2): 403–405.
- [15] Li Q, Qiu W, Tan H Y, et al. Micro-Raman spectroscopy stress measurement method for porous silicon film[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2010, 48(11): 1119–1125.
- [16] Chen J, Wolf I D. Study of damage and stress induced by backgrinding in Si wafers[J]. Semicond. Sci. Technol., 2003, 18(4): 261–268.
- [17] Anastassakis E, Pinczuk A, Burstein E, et al. Effect of static uniaxial stress on the Raman spectrum of silicon [J]. Solid State Communications, 1970, 8(2): 133–138.

## Residual Stress Measurement and Analysis in Multilayer Film Si- Substrate Structure by Micro-Raman Spectroscopy Technique

DENG Wei-lin<sup>1</sup>, QIU Wei<sup>1</sup>, JIAO Yong-zhe<sup>1</sup>, ZHANG Qing-chuan<sup>2</sup>, KANG Yi-lan<sup>1</sup>

(1. Tianjin Key Laboratory of Modern Engineering Mechanics, Tianjin University, Tianjin 300072, China; 2. Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Material of Chinese Academy of Sciences, University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China)

**Abstract:** Aiming at residual stress in two typical multilayer film Si-substrate structures, micro-Raman spectroscopy technique is proposed in this paper to measure the residual stress and analyse its distribution in multilayer film Si-substrate structure. Experimental results show that significant residual stress formed in processing exists in both Si-substrate and film. In Si-substrate, nonlinear variation of residual stress appears at both sides near the film, whereas there is a linear variation of residual stress in the internal region, which leads to a significantly overall warp of substrate. Based on experimental analysis, a stratification structure model for multilayer film Si-substrate structure is proposed. All above results show that micro-Raman spectroscopy technique is a powerful method to investigate the residual stress of multilayer film Si-substrate structure.

**Keywords:** multilayer film; Si-substrate; residual stress; stratification structure model; micro-Raman spectroscopy