

# 微加工工艺应力的喇曼在线测量\*

桑胜波<sup>1,†</sup> 薛晨阳<sup>1</sup> 张文栋<sup>1</sup> 熊继军<sup>1</sup> 阮 勇<sup>2</sup> 张大成<sup>2</sup> 郝一龙<sup>2</sup>

(1 中北大学仪器科学与动态测试教育部重点实验室, 太原 030051)

(2 北京大学微电子研究院, 北京 100871)

摘要: 针对微加工工艺过程造成的残余应力, 文中提出了喇曼在线测量方法, 并对最常用的三种微加工工艺: 淀积、腐蚀或刻蚀及键合进行了喇曼在线测量. 测量结果与理论分析相符, 淀积工艺中, 氮化硅对硅片造成的残余应力比氧化硅造成的大, 且氧化硅在硅衬底上形成的残余应力是压应力, 氮化硅形成的是张应力; 刻蚀工艺和键合工艺对硅片造成了相对较大的应力分布, 且都为张应力, 最大值超过 300MPa.

关键词: 微加工工艺; 残余应力; 喇曼; 在线测量

PACC: 7830; 6220; 6860

中图分类号: TN4 文献标识码: A 文章编号: 0253-4177(2006)06-1141-06

## 1 引言

MEMS 中的微机械加工工艺主要分为表面硅加工工艺和体硅加工工艺<sup>[1]</sup>. 表面硅加工的关键是硅结构层和牺牲层的制备和腐蚀, 以硅(单晶或多晶)薄膜作为机械结构. 体硅微加工工艺是用湿法或干法腐蚀对硅片进行纵向加工的一种三维加工技术. 键合工艺是将表面加工和体加工有机地结合在一起的技术. 随着微 MEMS 的进一步发展, 加工工艺始终是制约其不断进步的主要因素之一, 这也引起了国内外学者和 MEMS 产业界的高度重视.

在 MEMS 加工工艺过程中影响器件性能的应力特性研究成为 MEMS 研究热点之一. 硅片前道工艺中的外延层淀积、扩散和离子注入、氧化、退火、淀积形成欧姆接触、金属内连、钝化层淀积、刻蚀; 硅片后道工艺中的机械减薄(研磨、抛光)、化学减薄(湿法或者干法刻蚀)、背面金属层淀积、键合; 封装工艺中的划片、上芯、压焊、塑封等都将会产生或影响硅片的应力特性<sup>[2]</sup>. 由于微机械加工工艺会在微结构中造成残余应力分布<sup>[3~6]</sup>, 而硅晶材料的残余应力分布会降低 MEMS 系统结构的使用寿命. 因此, 测量微结构的应力对 MEMS 加工工艺的发展有着重要意义.

目前, MEMS 中的应力特性检测手段主要有: X 射线衍射法、圆片法和悬臂梁法<sup>[5]</sup>、薄膜全场应力测试测量法<sup>[7]</sup>等. 但是, 这些技术不具有在线测试能力, 且测试空间分辨率较低(大于 10 $\mu$ m)、灵敏度不

高、应力分辨率较小, 有些方法对微结构还具有一定的破坏性. 本文提出了一种微加工工艺的在线应力测试方法——喇曼在线应力测试, 对微结构加工的每道工序进行实时在线跟踪测试, 减少非在线测量中不必要的环节, 从而更精确地了解残余应力的引入, 为微结构的可靠性分析提供数据支持, 改善微结构设计、工艺, 提高其可靠性. 且喇曼光谱本身及其光纤系统可以对微加工工艺进行实时在线跟踪测试, 又具有高空间分辨率(0.2 $\mu$ m)、高灵敏度、无破坏性等优点<sup>[8~10]</sup>. 本文据此讨论了微加工工艺应力的喇曼在线测试, 对最常用的三种硅微加工工艺(淀积、腐蚀或刻蚀、键合)进行了残余应力的喇曼在线测试.

## 2 喇曼测试原理

### 2.1 原理

喇曼散射现象及应力对单晶硅喇曼光谱的影响已在文献<sup>[3, 11]</sup>中进行了详细论述. 当物体受到光的照射后, 除了反射、吸收和透射之外, 总有一部分向四周散射. 相对于入射光的频率或波数, 其频率或波数变化比较大, 频率变化大于  $3 \times 10^{10}$  Hz, 波数变化大于  $1\text{cm}^{-1}$  的散射就是喇曼散射. 喇曼散射对应于分子的转动、振动能级之间的跃迁范围<sup>[12]</sup>.

喇曼光谱可精确测量材料的晶格振动能量, 当材料受到应力时, 其晶格结构就会产生变化, 晶格振动能量也将发生改变, 其喇曼频移亦将发生改变(变

\* 国家高技术研究发展计划(批准号: 2004AA404040)及国家电子测试技术重点实验室基金资助项目

† 通信作者. Email: sunboa1979@163.com

2005-09-27 收到, 2005-11-16 定稿

化量为  $\Delta\omega$ : 相对喇曼频移), 根据应力  $\sigma$  与相对喇曼频移  $\Delta\omega$  之间的关系就可以精确计算出晶体内部的应力.

## 2.2 公式

当晶体受到应力时, 其散射的喇曼光谱相对于其本征喇曼频谱会发生频移. 对不同晶面 (110), (111), (100), 其相对频移和应力之间的关系可以表述成下式<sup>[3]</sup>

$$\Delta\omega = \frac{\lambda_1}{2\omega_0} = \frac{p(S_{11} + S_{12}) + q(S_{11} + 3S_{12}) + rS_{44}}{4\omega_0} \sigma_{xx} \quad (1)$$

$$\Delta\omega = \frac{\lambda_2}{2\omega_0} = \frac{p(S_{11} + S_{12}) + q(S_{11} + 3S_{12}) - rS_{44}}{4\omega_0} \sigma_{xx} \quad (2)$$

$$\Delta\omega = \frac{\lambda_3}{2\omega_0} = \frac{q(S_{11} + S_{12}) + pS_{12}}{2\omega_0} \sigma_{xx} \quad (3)$$

式中  $\Delta\omega$  为相对喇曼频移;  $S_{11}, S_{12}, S_{44}$  为硅的柔性张量;  $p, q, r$  为声子形变潜能;  $\sigma_{xx}$  为应力.

对于硅晶体, 本征喇曼频移  $\omega_0 = 520\text{cm}^{-1}$ , 将其其他参数代入可以得到 (100) 晶面应力和相对喇曼频移之间的关系方程:

$$\sigma_{xx} = -434\Delta\omega \text{ (MPa)} \quad (4)$$

在上式计算的结果中, “+”表示应力为张应力, “-”表示应力为压应力.

## 2.3 误差分析及应用

由于喇曼频移对周围环境十分敏感, 如温度、压力、振动等, 所以, 实验前首先应用标准硅样品对系统进行误差分析测试 (测试条件: 每隔 30s 记录一次喇曼光谱, 每个谱线记录 10s, 共测试 4min). 图 1 为单点测量标准硅样品时的喇曼光谱图, 横坐标为喇曼频移, 纵坐标为光谱能量, Si 样品的标准喇曼频移 (无应力时的喇曼频移) 为  $520\text{cm}^{-1}$ . 图 2 为该测试方法的随机误差分析图, 在测试时间范围内 (4min) 喇曼频移的最大不确定性为  $\pm 0.02\text{cm}^{-1}$ , 且每次的测量拟合误差值  $< \pm 0.02\text{cm}^{-1}$ , 所以喇曼光谱仪的分辨率为  $0.02\text{cm}^{-1}$ . 根据公式 (4) 可以得出此测试系统的应力分辨率为  $8.68\text{MPa}$ , 优于  $10\text{MPa}$ , 误差非常小.

此喇曼测试仪具有光纤在线测试系统、显微测试系统、最小移动步长为  $0.1\mu\text{m}$  的精密三维移动平台, 且激光最小聚焦直径小于  $0.5\mu\text{m}$ , 应力分辨率优于  $10\text{MPa}$ . 因此本测试系统既可对微加工工艺进行实时在线跟踪测试, 又可对微结构进行应力分布检测, 也可对测试结构进行逐点、逐线、逐面的测量. 其测试结果可用来优化微结构设计及加工工艺, 提高 MEMS 的可靠性, 加快我国微结构的产业化进程.

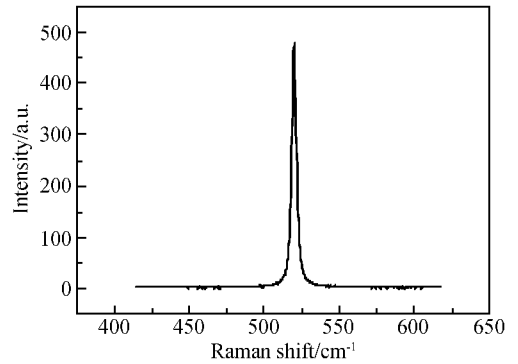


图 1 Si 的单点喇曼光谱图

Fig. 1 Raman spectrum of single-silicon

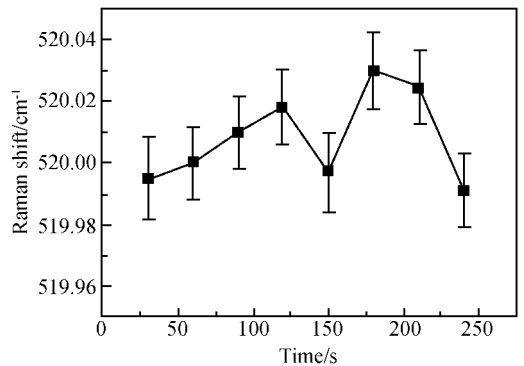


图 2 测试系统的误差分析图

Fig. 2 Error analysis of testing system

## 3 实验测试及分析

本实验在北京大学微电子研究院微米/纳米加工国家重点实验室进行应力的喇曼在线测量. 实验测试系统采用 RENISHAW inVia 激光喇曼光谱仪、 $50\times$  物镜、 $514.5\text{nm}$  氩离子激光器、RENISHAE 光纤在线测试台.

在具体的实验测量中, 对微结构加工的每道工序都进行喇曼光谱实时在线跟踪测试, 然后进行数据拟合, 得出实验结果, 从处理结果中找出该工艺引入残余应力的大小, 并分析原因.

### 3.1 淀积工艺应力的喇曼在线测量

本实验进行了两种淀积工艺: 一是在硅衬底上利用热氧化工艺 (温度  $1000^\circ\text{C}$ ) 淀积  $0.9\mu\text{m}$  的  $\text{SiO}_2$ , 然后刻蚀掉背面的  $\text{SiO}_2$ ; 二是在硅衬底上利用 LPCVD 工艺 (温度  $780^\circ\text{C}$ ) 淀积  $150\text{nm}$  的氮化硅. 实验一: 利用喇曼在线测试系统对淀积  $\text{SiO}_2$  后的硅衬底进行现场实时在线喇曼线扫描测量, 再对刻蚀完背面  $\text{SiO}_2$  的硅衬底进行现场实时在线面扫描测量; 实验二: 对淀积氮化硅前后的硅片进行实时在线喇曼测量, 淀积前为线扫描测量, 淀积后为面扫

描测量. 线扫描位置见图 3, T 为横向测试位置点, L 为纵向测试位置点.

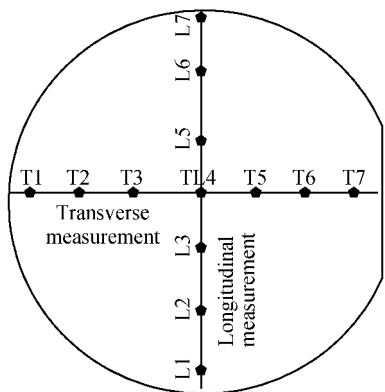


图 3 线扫描测试位置示意图

Fig. 3 Measured position of Raman line-scan

### 3.1.1 淀积氧化硅

淀积后, 测量处理结果如图 4, 5 所示. 腐蚀完背面氧化硅后的测量处理结果如图 6 所示.

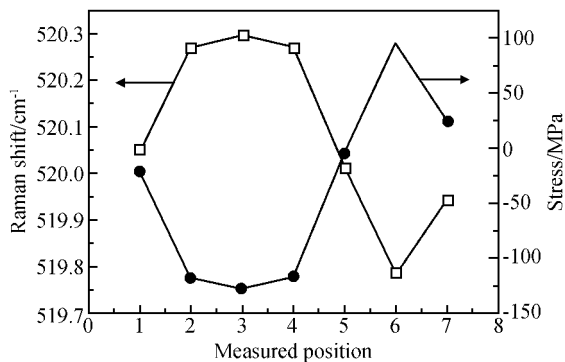


图 4 淀积氧化硅后的硅衬底横向线测量

Fig. 4 Transverse measurement of silicon deposited SiO<sub>2</sub>

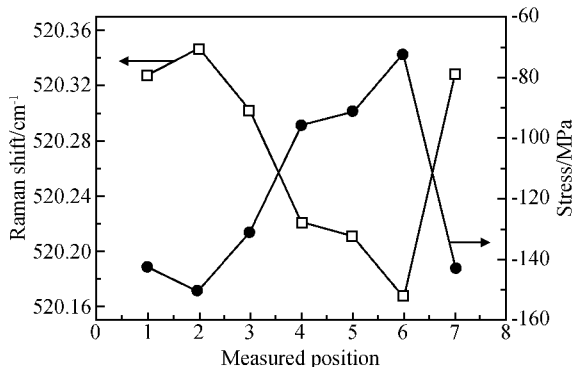


图 5 淀积氧化硅后的硅衬底纵向线测量

Fig. 5 Longitudinal measurement of silicon deposited SiO<sub>2</sub>



图 6 腐蚀完背面氧化硅的硅衬底面应力分布图

Fig. 6 Raman stress image of SiO<sub>2</sub>/Si etched the back SiO<sub>2</sub>

由图 4, 5 可以看出: 淀积氧化硅对硅衬底造成了压应力分布, 受工艺条件的影响, 其分布具有不均匀性, 最大值可达 -150.589MPa, 平均值为 -78.368MPa. 此应力主要是由热应力引起的, 这也说明氧化硅的热膨胀系数比硅小, 以至形成了压应力. 图 6 则说明刻蚀完背面的氧化硅后, 硅衬底上的压应力变大, 最大值为 -173.6MPa, 平均值为 120MPa, 这主要是由应力分布失衡造成的.

### 3.1.2 淀积氮化硅

淀积后的测量处理结果如图 7, 淀积前的测量处理结果如图 8, 9 所示. 由测量处理结果知: 淀积前, 硅衬底上存有压应力, 其平均值为 -89.125MPa, 这主要是由硅片的制造工艺(如含有其他杂质)或外力引起. 淀积氮化硅后, 硅衬底上的应力变为张应力, 最大值达 200MPa, 平均值为 80MPa. 从实验结果可以看出, 氮化硅在硅衬底上引起的应力平均变化值约为 170MPa, 且应力特性从

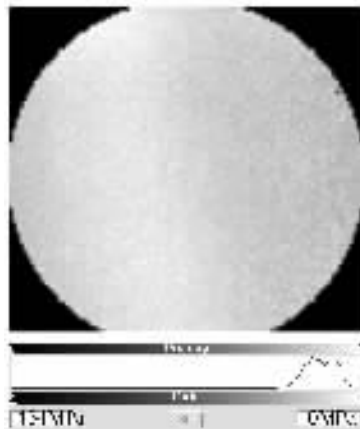


图 7 淀积氮化硅后的硅衬底面应力分布图

Fig. 7 Raman stress image of silicon deposited Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

原来的压应力变成了张应力,这主要是由热应力引起的,从而也说明氮化硅的热膨胀系数大于硅.

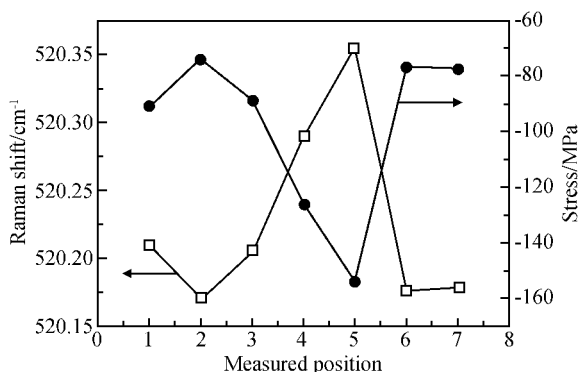


图 8 淀积氮化硅前的硅衬底横向线测量

Fig.8 Transverse measurement of silicon non-deposited Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

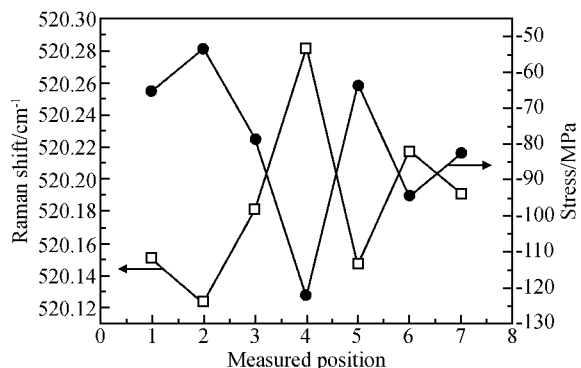


图 9 淀积氮化硅前的硅衬底纵向线测量

Fig.9 Longitudinal measurement of silicon non-deposited Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

### 3.2 刻蚀工艺应力的喇曼在线测量

实验主要对 ICP 刻蚀工艺的硅衬底进行测量. ICP 刻蚀完毕后,应用在线测试系统对刻蚀区域和未刻蚀区域的硅进行在线线性测量,测量实物如图 10 所示,较亮区域为刻蚀区域,图中 1,2,3,4,5 为测试点,测量处理结果如图 11 所示.

由测量处理结果可知,在本实验测试中,刻蚀处的应力最大,272.118MPa,为张应力.随着测试位置的外移,应力值先变小后变大(测试点 2 处的应力值最小),这主要是由应力的弛豫现象造成的.从整体结果来看,ICP 刻蚀工艺可能会对硅衬底产生相对较大的残余应力分布.

### 3.3 键合工艺应力的喇曼在线测量

本实验的键合工艺是硅/玻璃键合.在玻璃上溅射、剥离形成电极,然后与硅结构进行键合(键合温

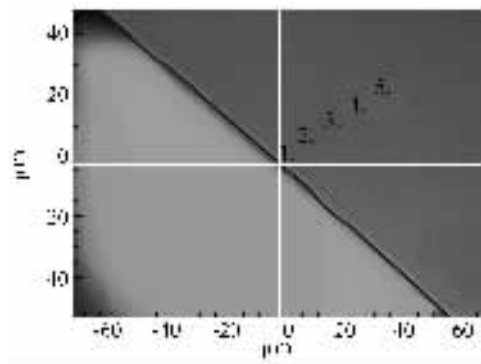


图 10 刻蚀后的硅衬底测试位置示意图

Fig.10 Measured position of etched silicon substrate

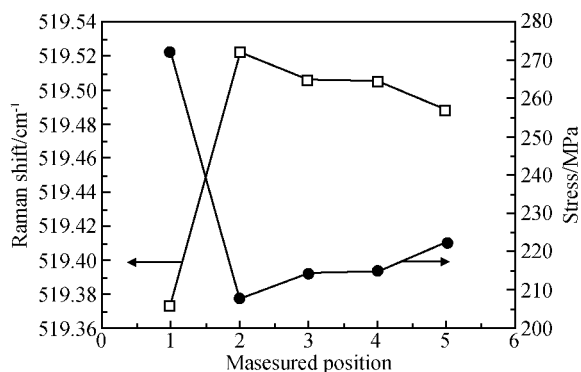


图 11 刻蚀后硅衬底的喇曼线性测试

Fig.11 Raman line-scan of etched silicon substrate

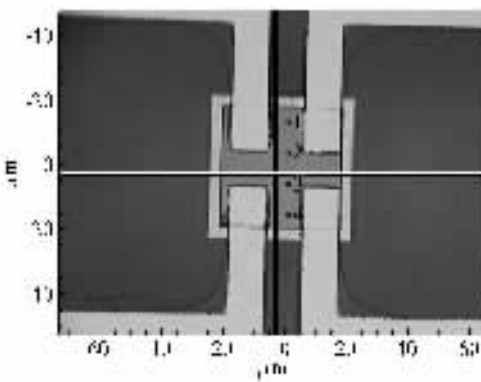


图 12 键合结构的测试位置示意图

Fig.12 Measured position of bonding structure

度 380℃). 测量结构如图 12 所示,图中 1,2,3,4 为测试点,测量处理结果如图 13 所示.由于键合接触面较小,此实验采用单点随机测试.

从图 13 可知:本实验的硅片键合处残留着张应力,最大值可达 312.046MPa,最小值为 222.208MPa,平均值为 272.552MPa.实验结果表明,键合工艺可能会对硅片造成相对较大的残余应力.

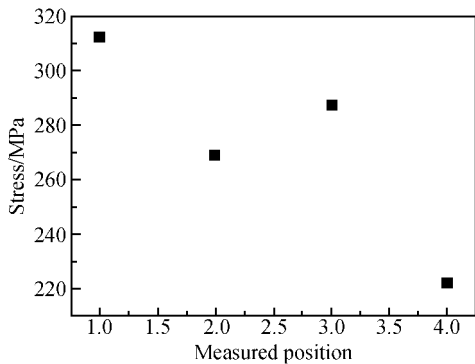


图 13 键合后硅衬底的喇曼随机测试

Fig. 13 Raman measurement of bonding silicon substrate

## 4 结论

(1) 本文提出的喇曼应力在线测量方法可以实现微加工工艺的在线测量,对各种工艺进行现场实时在线检测,方便快捷.从更精确的角度分析了微结构应力的引入,为改善微结构加工工艺提供了有力的数据支持,且测试过程对测试材料、结构无破坏性,可以随着微加工工艺进行连续测试,应力分辨率较高.

(2) 淀积工艺中,氮化硅对硅片造成的残余应力比氧化硅造成的残余应力大,且氧化硅残余的是压应力,氮化硅残余的应力为张应力.据此,在微加工工艺中,我们可以通过淀积应力状态不同的氧化硅和氮化硅来相互抵消残余应力,在硅衬底和二氧化硅之间淀积氮化硅,并调节控制二氧化硅和氮化硅的膜厚,可使得整体应力降至很小,甚至为零.

(3) 刻蚀工艺和键合工艺对硅片造成了相对较大的应力分布,且都为张应力,最大值超过了 300MPa.

致谢 本实验得到了北京大学微电子研究院微米/纳米加工国家重点实验室的大力支持,在此向田天宇、李婷等老师表示诚挚的感谢.

## 参考文献

- [1] Wang Yangyuan, Wu Guoying, Hao Yilong, et al. Study of silicon-based MEMS technology and its standard process. *Acta Electronica Sinica*, 2002, 30(11): 1577 (in Chinese) [王阳元, 武国英, 郝一龙, 等. 硅基 MEMS 加工技术及其标准工艺研究. *电子学报*, 2002, 30(11): 1577]
- [2] Ni Jinfeng, Wang Jiayi. Study of cracked invalid mechanism of thin chip in IC card. *Semiconductor Technology*, 2004, 29(4): 40 (in Chinese) [倪锦峰, 王家楫. IC 卡中薄芯片碎裂失效机理的研究. *半导体技术*, 2004, 29(4): 40]
- [3] Sriker V T, Swaan A K, Ünü M S, et al. Micro-Raman measurement of bending stresses in micromachined silicon flexures. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2003, 12: 779
- [4] De Wolf I. Micro-Raman spectroscopy to study local mechanical stress in silicon integrated circuits. *Semicond Sci Technol*, 1996, 11: 139
- [5] De Wolf I. Raman spectroscopy: about chips and stress. *Spectroscopy Europe*, 2003, 75: 6
- [6] Cho H J, Oh K W, Ahn C H, et al. Stress analysis of silicon membranes with electroplated permalloy films using Raman scattering. *IEEE Transactions on Magnetics*, 2001, 37: 2749
- [7] Zhang Guobing, Hao Yilong, Tian Dayu, et al. Residual stress properties of poly-silicon thin film. *Chinese Journal of Semiconductors*, 1999, 20(6): 463 (in Chinese) [张国炳, 郝一龙, 田天宇, 等. 多晶硅薄膜应力特性研究. *半导体学报*, 1999, 20(6): 463]
- [8] Bonera E, Fanciulli M, Batchelder D N. Stress mapping in silicon: advantages of using a Raman spectrometer with a single dispersive stage. *Appl Spec*, 2002, 56: 560
- [9] Bonera E, Fanciulli M, Batchelder D N. Raman spectroscopy for a micrometric and tensorial analysis of stress in silicon. *Appl Phys Lett*, 2002, 81: 3377
- [10] Bonera E, Fanciulli M, Batchelder D N. Combining high resolution and tensorial analysis in Raman stress measurements of silicon. *J Appl Phys*, 2003, 94: 2729
- [11] Kuzmany H. *Solid-state spectroscopy: an introduction*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 1998
- [12] Ferraro J R, Nakamoto K. *Introductory Raman spectroscopy*. Academic Press, Inc. Harcourt Brace & Company, Publishers, 1994
- [13] Zhu Changchun, Zhao Hongpo, Han Jianqiang, et al. Problem of residual stress in MEMS thin film. *Micronanoelectronic Technology*, 2003, 40(10): 30 (in Chinese) [朱长纯, 赵红坡, 韩建强, 等. MEMS 薄膜中的残余应力问题. *微纳电子技术*, 2003, 40(10): 30]

# Raman Online Measurement of Stress Resulting from Micromachining\*

Sang Shengbo<sup>1,†</sup>, Xue Chenyang<sup>1</sup>, Zhang Wendong<sup>1</sup>, Xiong Jijun<sup>1</sup>,  
Ruan Yong<sup>2</sup>, Zhang Dacheng<sup>2</sup>, and Hao Yilong<sup>2</sup>

(1 *Key Laboratory of Instrumentation Science & Dynamic Measurement of the Ministry of Education, North University of China, Taiyuan 030051, China*)

(2 *Institute of Microelectronics, Peking University, Beijing 100871, China*)

**Abstract:** Micromachining can result in residual stress in a wafer. This paper puts forward an online measuring method for measuring the stress in silicon samples prepared with three common micromachining processes: deposition, etching, and bonding. The experimental results support the theory. In deposition processes, the residual stress resulting from  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , which is tensile stress, is larger than  $\text{SiO}_2$ , which is compressive stress. The tensile stress resulting from etching and bonding processes is relatively larger with a maximum value over 300MPa.

**Key words:** micromachining; residual stress; Raman; online-measurement

**PACC:** 7830; 6220; 6860

**Article ID:** 0253-4177(2006)06-1141-06

---

\* Project supported by the National High Technology Research and Development Program of China(No.2004AA404040) and the Fund of the National Key Laboratory of the Electronic Measurement Technology

† Corresponding author. Email:sunboa1979@163.com

Received 27 September 2005, revised manuscript received 16 November 2005

©2006 Chinese Institute of Electronics