

# MEMS 制造中精确测量薄膜厚度的方法研究与比较

陈 莉<sup>1,2</sup>, 尹鹏和<sup>1,2</sup>

(1. 大连理工大学 机械工程学院 辽宁 大连 116024;

2. 大连理工大学 辽宁省微纳米技术及系统重点实验室 辽宁 大连 116024)

**摘 要:** 精确测量各种功能薄膜的厚度在微机电系统(MEMS)制造加工过程中有非常重要的意义。利用接触式表面轮廓仪、光谱椭偏仪、电感测微仪、扫描电镜、原子力显微镜和工具显微镜分别测量了 10 nm ~ 100  $\mu\text{m}$  各种薄膜的厚度。比较了不同测量仪器的测量范围、分辨率和对样品的适用性,分析了薄膜厚度测量过程中误差产生的机理。实验结果表明:当存在膜层台阶时,10 nm ~ 100  $\mu\text{m}$  的膜厚测量均可采用接触式表面轮廓仪;对于硬度较高的膜层可采用电感测微仪;对于厚度小于 0.5  $\mu\text{m}$  的膜层可采用原子力显微镜;对于可观察样品侧面、厚度大于 0.7  $\mu\text{m}$  的膜层可采用扫描电镜,工具显微镜适用于  $\mu\text{m}$  级膜层,对于厚度大于 20  $\mu\text{m}$  的膜层不宜采用光谱椭偏仪。

**关键词:** 薄膜厚度; 接触式表面轮廓仪; 光谱椭偏仪

中图分类号: TN06 文献标识码: B 文章编号: 1000-9787(2015)10-0015-03

## Study and comparison of accurate measurement methods for film thickness in MEMS fabrication

CHEN Li<sup>1,2</sup>, YIN Peng-he<sup>1,2</sup>

(1. School of Mechanical Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China;

2. Key Laboratory for Micro/Nano Technology and System of Liaoning Province, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

**Abstract:** It is very important to accurately measure thicknesses of various functional films during micro-electro-mechanical systems(MEMS) manufacturing process. Various sample films with thickness of 10 nm ~ 100  $\mu\text{m}$  are measured by contact surface profilometer, spectroscopic ellipsometer, inductance micrometer, scanning electron microscope(SEM), atomic force microscopy(AFM) and toolroom microscope. The measurement range, resolution and applicability of different measurement equipments are compared, error generation mechanism during thickness measurement is analyzed. Experimental results show that when there is a mesa layer on the substrate, contact surface profilometer can be used for thickness measuring at range of 10 nm ~ 100  $\mu\text{m}$ ; inductance micrometer is suitable for harder layer; AFM can be used for measuring thickness less than 0.5  $\mu\text{m}$ ; SEM is suitable for sample with homogeneous profile and with thickness more than 0.7  $\mu\text{m}$ ; toolroom microscope can be used for micro-scale layer; spectroscopic ellipsometer is not suitable for measuring the thickness more than 20  $\mu\text{m}$ .

**Key words:** film thickness; contact surface profilometer; spectroscopic ellipsometer

### 0 引 言

目前, MEMS 发展迅速, 已广泛应用于医疗、军事、航空航天、汽车工业等领域<sup>[1,2]</sup>。MEMS 种类繁多, 如 MEMS 传感器、MEMS 执行器和光 MEMS 等<sup>[3,4]</sup>, 而各种薄膜在 MEMS 制造加工工艺中充当了重要角色, 例如: 氮化硅薄膜介电常数高、结构致密、绝缘性和疏水性好, 被用来做为掩模、介电绝缘膜、钝化保护层以及抗蚀层等<sup>[5]</sup>, Au 薄膜被用作电极和种晶层等, 光刻胶薄膜具有光敏化学作用, 受到光照后性质发生改变, 可将光刻掩膜版上的图形转移到基片

上, 光刻正胶经过曝光后, 受到光照的部分在显影后被溶解, 只留下未受光照的部分形成图形, 负胶恰好相反, SU8 胶就是一种适合高深宽比微加工的负胶<sup>[6]</sup>。这些薄膜材料是工艺过程中的媒介或最终成为 MEMS 器件的一部分。根据 MEMS 加工工艺需要, 往往需要制作各种不同厚度的薄膜, 薄膜厚度对工艺质量、最后成型的器件性质有至关重要的影响。随着薄膜厚度的变化其性质往往也出现不同, 如研究发现不同厚度的氮化硅薄膜其充电能力不同, 对制造 MEMS 电容开关有重要影响<sup>[7]</sup>; 微米厚度的 Cu 和 Ag 薄

收稿日期: 2015-07-28

膜疲劳特性和块材的相似,但是随着厚度的减小,其典型的位错结构和疲劳挤出损伤会消失<sup>[8,9]</sup>。因此,精确测量各种功能薄膜的厚度值在 MEMS 制造加工领域有非常重要的意义。

根据薄膜的性质及其厚度的大致范围,可选择不同原理的精密测量仪器对膜厚进行测量,如果所选测量原理不适合,可能会导致薄膜厚度测量不准确,而且有可能损伤薄膜,改变其性质,此类结果均会对后续的加工工艺产生很大影响,最终影响到所制作 MEMS 器件的性能。所以,合理地选择薄膜厚度的测量原理和测量仪器十分重要。

本文针对厚度 10 nm ~ 100  $\mu\text{m}$  的薄膜,研究测量不同性质、不同厚度范围薄膜的膜厚时,适用的精密测量仪器,力求达到所需测量精度的同时,减小对膜层的损伤,为今后测量 MEMS 微加工领域的薄膜厚度提供参考。

## 1 实验

### 1.1 仪器和样品

本文使用的测量仪器有:日本小坂株式会社(KOSA-

KA) ET4000M 型接触式表面轮廓仪、美国 J. A. Woollam 公司 M-2000DI 型光谱椭偏仪、电感测微仪(包括德国 Mahr Millitron1240 型电箱、中原量仪 FT-1 型测量台)、日本电子株式会社(JEOL) JSM-6360LV 型扫描电子显微镜、本原纳米 CSPM5500 型扫描探针显微镜以及日本奥林巴斯(Olympus) STM6 型工具显微镜。仪器所处环境为恒温恒湿的千级超净实验室,无振动、噪声及电磁干扰。

样品分别是以硅片为基底层的 Au 薄膜、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜、SU8 负胶薄膜和以石英玻璃为基底层的 AZ701 正胶薄膜,其中以硅片为基底层的 SU8 负胶薄膜分为两个厚度,分别是 SU8 负胶薄膜 1 号和 SU8 负胶薄膜 2 号。

### 1.2 实验内容

分别利用上述接触式表面轮廓仪、光谱椭偏仪、电感测微仪、扫描电子显微镜、扫描探针显微镜中的原子力显微镜模式以及工具显微镜测量 5 种样品的薄膜厚度,每种仪器使用前都经过校准,每个样品测 5 组值,然后计算平均值,结果列于表 1 中。

表 1 利用不同仪器测得的薄膜厚度平均值

Tab 1 Average film thicknesses measured using different equipments

样品	不同仪器测量结果					
	A( $\mu\text{m}$ )	B( nm)	C( $\mu\text{m}$ )	D( $\mu\text{m}$ )	E( nm)	F( $\mu\text{m}$ )
Au	0.0102 $\pm$ 0.0003	10.042 $\pm$ 0.067	-	-	10.416 $\pm$ 0.316	-
AZ701 正胶	0.705 $\pm$ 0.0134	702.952 $\pm$ 8.246	0.59 $\pm$ 0.03	0.711 $\pm$ 0.017	-	-
$\text{Si}_3\text{N}_4$	1.317 $\pm$ 0.0081	1312.908 $\pm$ 8.820	1.29 $\pm$ 0.02	1.3 $\pm$ 0.010	-	1.42 $\pm$ 0.15
SU8 负胶 1	17.343 $\pm$ 0.0232	19701.691 $\pm$ 215.581	17.14 $\pm$ 0.11	17.69 $\pm$ 0.115	-	17.3 $\pm$ 0.19
SU8 负胶 2	92.345 $\pm$ 0.0356	-	90.93 $\pm$ 0.48	92.96 $\pm$ 0.287	-	92.4 $\pm$ 0.22

注:表中 A 表示表面轮廓仪, B 表示光谱椭偏仪, C 表示电感测微仪, D 表示扫描电子显微镜, E 表示原子力显微镜, F 表示工具显微镜,“-”表示未测出。

## 2 结果与讨论

接触式表面轮廓仪是利用触针直接同样品接触的方式进行测量,触针以恒定的接触力从样品表面划过从而得到样品轮廓曲线,直接在此曲线上测量即可得到膜厚值,因此,测量时需存在一个膜层的台阶,如图 1 所示,同时露出基底层和膜层表面(1 和 2),利用电感测微仪和原子力显微镜测量膜厚时均有这种要求。光谱椭偏仪测量的是光束偏振态的变化<sup>[10,11]</sup>,测量薄膜厚度时需要光束能透过薄膜层,到达基底层,然后返回探测器中,因此,该薄膜层需透光或部分波长透光。电感测微仪是建立在电磁感应基础上,利用线圈的自感或互感系数的改变来实现非电量(主要是位移)测量的仪器,如图 1 所示,测量时首先在薄膜层邻近的基片上找基准点 1',清零,然后将探头移动到膜层上 2'点测量,因此,基准点和测量点的选择对膜层厚度有一定影响,要尽量使基准点和测量点靠近。扫描电子显微镜利用电子束在样品表面扫描,激发出二次电子、背散射电子、X 射线等信号,检测这些信号得到样品表面形貌图,本文中使用的二次电子像,利用扫描电镜测量膜厚时,需将样品立起,其侧面正对着电子束。原子力显微镜保持探针针尖和样品

表面的作用力恒定,利用微小探针探索样品表面获得形貌图,因此,也需要存在膜层台阶。工具显微镜是利用光学原理将样品成像经物镜投射至目镜,将样品放大成虚像,再进行测量的仪器,测量薄膜厚度时有两种方式,可先在基片上寻找基准点,聚焦  $z$  方向测量值清零,然后在邻近的薄膜表面选择一点聚焦,此时显示的测量值即为膜层厚度,也可将样品立起在载物台上,使其侧面正对着物镜镜头,直接观测膜厚。

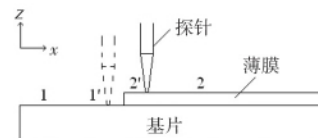


图 1 利用接触式表面轮廓仪和电感测微仪测量薄膜厚度的方法示意图

Fig 1 Measuring method of film thickness using contact surface profilometer and inductance micrometer

### 2.1 硅基片上的 Au 薄膜

如表 1 所示,利用 A, B, E 都测出了硅片上 Au 薄膜的厚度,测量结果相近,均在 10 nm 左右。椭圆测量是一种无

损测量,但对膜层的透光性有要求,一般认为,当金属层厚度大于 100 nm 时它将无法测量。Millitron1240 型电箱在使用 200  $\mu\text{m}$  量程时分辨率仅为 0.01  $\mu\text{m}$ ,不适合测量此 Au 膜的厚度。扫描电镜测量薄膜厚度时,将样品立起,使其侧面正对着电子束,不同的物质被激发出的二次电子量不同,在图片上就会有明暗对比,因此,可区分出薄膜加以测量,但是如果样品倾斜就会导致侧面形貌延展,使得测量得到的薄膜厚度值变大,工具显微镜第二种方式测膜厚时也存在这个问题。JSM-6360LV 型扫描电镜高真空下分辨率 3 nm,观察时无法保证 Au 薄膜样品竖直放置,不能精确测量 Au 层厚度。STM6 型工具显微镜全量程误差  $x$  轴为 6  $\mu\text{m}$ , $y$  轴和  $z$  轴均为 5  $\mu\text{m}$ ,无法分辨十几纳米的薄膜厚度。对于这个量级的样品来说,接触式表面轮廓仪、光谱椭偏仪和原子力显微镜都可测量,用接触式表面轮廓仪测量时,触针是以恒定的接触力从样品表面划过,有可能损伤薄膜表面<sup>[12]</sup>,要根据薄膜的硬度和后续工艺需求决定是否选用,光谱椭偏仪对透光性有要求,原子力显微镜一般会对样品三维尺寸有要求。

### 2.2 石英玻璃基底上的 AZ701 光刻正胶薄膜

利用 A, B, C, D 均测出了石英玻璃基底上 AZ701 正胶薄膜的厚度, A, B, D 测量结果相似,都在 0.7  $\mu\text{m}$  左右, C 即电感测微仪,为 0.59  $\mu\text{m}$ ,跟其他三个值偏差较大,分析是由于光刻胶膜层仍有弹性,当电感测微仪探头压紧膜层时,膜层会产生变形,因此,测量值变小。另外,基准点和测量点的选择对膜层厚度也有一定影响。石英玻璃基底透光,利用光谱椭偏仪测量时,如果透过基底反射回来的光线也参与到光学反应中,就会有较大的测量误差,因此,使用的是背面毛面的石英玻璃。使用扫描电镜时,当入射电子束轰击样品,聚合物材料可能会出现分解、交联、起泡或者碳沉积等现象,所以,测量时要考虑到样品的性质。原子力显微镜分辨率高,本台仪器  $z$  轴分辨率为 0.1 nm,最大测量高度 0.5  $\mu\text{m}$ ,其最大测量高度受扫描器在此方向的伸缩系数限制,此 AZ701 正胶薄膜的厚度已超出所使用的扫描器  $z$  轴伸缩范围。利用 A, B, C, D 都可测量数百纳米的薄膜厚度。同样,对较柔软薄膜表面或后续工艺步骤对薄膜质量要求较高的情况,要谨慎选择 A。因测头压力相对较大, C 应用来测量较坚硬的膜层。D 测量时要注意聚合物等不导电样品的电子束损伤。

### 2.3 硅基底上的 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 薄膜

利用 A, B, C, D, F 均测出了硅片上  $\text{Si}_3\text{N}_4$  薄膜的厚度, A, B, C, D 测量结果相似,均在 1.3  $\mu\text{m}$  左右, F 即工具显微镜跟其他四个值偏差较大,为 1.42  $\mu\text{m}$ 。F 测量时,其两种测量方式均被采用,物镜使用最大倍数 100 倍,目镜使用最大倍数 10 倍。采用第一种方式时,无法分辨高度差如此小的两个平面,采用第二种方式时,即将样品立起在载物台上,使其侧面正对着物镜镜头观测,膜层边界锐度不够,不

能清晰分辨,故测量值偏大。对于此厚度量级的薄膜,使用 A, B, C, D 测量精度高。适合较多种仪器测量的薄膜,可在具体工艺过程中根据需要的精度选择一种或几种测量仪器测量。

### 2.4 硅基底上的 SU8 负胶薄膜 1 号

利用 A, B, C, D, F 均测出了硅基底上 SU8 负胶薄膜 1 号的厚度, A, C, F 测量结果相似,均在 17  $\mu\text{m}$  左右,略有差别, C 测量值略小,分析是因为 SU8 负胶仍然具有一定的弹性,当 C 探头压紧膜层时,膜层变形,因而测量值略小。F 在测量时,因 SU8 负胶薄膜旋涂时的边缘效应,边缘较厚,因此,选择第一种方式测量,先在基底上寻找基准点,聚焦  $z$  方向测量值清零,然后在邻近的薄膜表面选择一点聚焦,此时的显示值即为膜层厚度。如图 2 所示,是 SU8 负胶薄膜中心部位的表面形貌图,粗糙度  $R_a$  为 11.06 nm;图 3 是 SU8 负胶薄膜边缘部位的表面形貌图,粗糙度  $R_a$  为 51.5 nm,从图中可明显看到薄膜边缘部位增厚且不平整。D 测量值偏大,分析跟测量方式有关,当样品立起侧面正对着电子束时,测到的值实际为薄膜边缘的厚度值,因此偏大。B 测量结果偏差最大,跟薄膜性质和椭偏测量的原理有关,此薄膜的光学反应误差较大。利用 A, C, D, F 均可测量此量级的薄膜厚度。

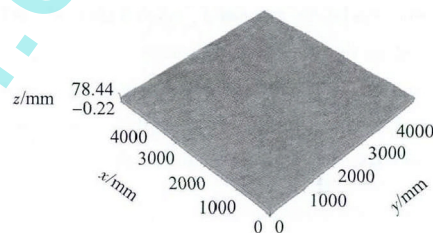


图 2 SU8 负胶薄膜中心部位表面形貌图

Fig 2 Surface topography of SU8 negative photoresist in film center

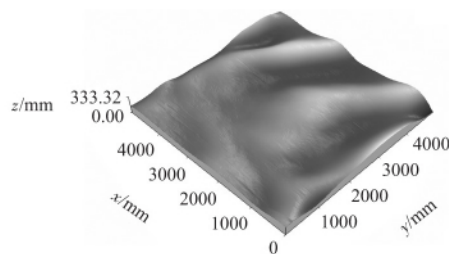


图 3 SU8 负胶薄膜边缘部位表面形貌图

Fig 3 Surface topography of SU8 negative photoresist on film edge

### 2.5 硅基底上的 SU8 负胶薄膜 2 号

利用 A, C, D, F 都测出了硅基底上 SU8 负胶薄膜 2 号的厚度, A 和 F 测量结果相似,都在 92  $\mu\text{m}$  左右, C 测量值偏小,分析仍然是因为 SU8 负胶具有一定弹性导致, D 测量值偏大,是由于测到的实际值为薄膜边缘的厚度值。对于数十微米的薄膜厚度, A, C, D, F 均可测量,测量时同样需根据薄膜性质和工艺需要选择。

(下转第 21 页)

- ences 2008: 18848 – 18853.
- [2] Millero F J. The marine inorganic carbon cycle [J]. *Chemical Reviews* 2007, 107(2): 308 – 341.
- [3] Sabine C L, Feely R A, Gruber N, et al. The oceanic sink for anthropogenic CO<sub>2</sub> [J]. *Science* 2004, 305(5682): 367 – 371.
- [4] Caldeira K, Wickett M E. Oceanography: Anthropogenic carbon and ocean pH [J]. *Nature* 2003, 425(6956): 365 – 365.
- [5] Caldeira K, Wickett M E. Ocean model predictions of chemistry changes from carbon dioxide emissions to the atmosphere and ocean [J]. *Journal of Geophysical Research: Oceans*, 2005, 110(C9): 1978 – 2012.
- [6] Gregg M C, Hess W C. Dynamic response calibration of sea-bird temperature and conductivity probes [J]. *Journal of Atmospheric and Oceanic Technology*, 1985, 2(3): 304 – 313.
- [7] Oelbner W, Zosel J, Berthold F, et al. Investigation of the dynamic response behaviour of ISFET pH sensors by means of laser Doppler velocimetry (LDV) [J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 1995, 27(1): 345 – 348.
- [8] Hara H, Ohta T. Dynamic response of a Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-gate pH-sensitive field-effect transistor [J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 1996, 32(2): 115 – 119.
- [9] Bogacki Przemyslaw, Shampine Lawrence F. A 3(2) pair of Runge-Kutta formulas [J]. *Applied Mathematics Letters*, 1989, 2(4): 321 – 325.
- [10] Shampine L F, Reichelt M W. The Matlab ode suite [J]. *SIAM Journal on Scientific Computing*, 1997, 18(1): 1 – 22.
- [11] Dormand J R, Prince P J. A family of embedded Runge-Kutta formulae [J]. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 1980, 6(1): 19 – 26.
- [12] Conn A R, Gould N I M, Toint P. A globally convergent augmented Lagrangian algorithm for optimization with general constraints and simple bounds [J]. *SIAM Journal on Numerical Analysis*, 1991, 28(2): 545 – 572.
- [13] Conn A, Gould N, Toint P. A globally convergent Lagrangian barrier algorithm for optimization with general inequality constraints and simple bounds [J]. *Mathematics of Computation of the American Mathematical Society*, 1997, 66(217): 261 – 288.
- [14] Child B F M, Venugopal V. Optimal configurations of wave energy device arrays [J]. *Ocean Engineering*, 2010, 37(16): 1402 – 1417.

#### 作者简介:

李 冬(1989-) 男, 湖北潜江人, 硕士, 主要研究方向为海洋观测仪器动态特性测试平台与测试方法的研究。

(上接第 17 页)

### 3 结 论

对于 MEMS 加工工艺中 10 nm ~ 100 μm 的薄膜厚度, 采用本文中的测量仪器, A 对 10 nm ~ 100 μm 的厚度均可测量, 但是触针的压力可能会损伤样品表面; B 的优势在于测量相对较薄的膜层, 不宜测量大于 20 μm 的膜层, 同时, 对样品的透光性有要求; C 适用于硬度较高的膜层; D 需观察样品的侧面, 测量大于 0.7 μm 的膜厚时可采用, 电子束对不导电的聚合物样品会有损伤; E 适用于较薄(小于 0.5 μm)的膜层, 最大测量高度受扫描器伸缩能力的限制; F 分辨率相对较低(全量程误差  $x$  轴为 6 μm,  $y$  轴和  $z$  轴均为 5 μm) 适用于 μm 级膜层。在 MEMS 工艺加工过程中测量时, 可根据样品性质和工艺需要选择适合的精密测量仪器。

#### 参考文献:

- [1] Bogue R. Recent developments in MEMS sensors: A review of applications, markets and technologies [J]. *Sensor Review* 2013, 33(4): 300 – 304.
- [2] 乔大勇, 史龙飞, 曹兰玉, 等. MEMS 扫描镜温度可靠性测试 [J]. *传感器与微系统* 2014, 33(12): 146 – 148.
- [3] 徐永青, 杨拥军. 硅 MEMS 器件加工技术及展望 [J]. *微纳电子技术* 2010, 47(7): 425 – 431.
- [4] 朱 京, 温廷敦, 许雨萍, 等. 基于介观压光效应的 MEMS 陀螺研究 [J]. *传感器与微系统* 2015, 34(3): 15 – 17.

- [5] Karouta F, Vora K, Tian Jie, et al. Structural, compositional and optical properties of PECVD silicon nitride layers [J]. *Journal of Physics D—Applied Physics* 2012, 45(44): 1 – 10.
- [6] Lorenz H, Despont M, Vettiger P, et al. Fabrication of photoplastic high-aspect ratio microparts and micromolds using SU-8 UV resist [J]. *Microsystem Technologies*, 1998, 4(3): 143 – 146.
- [7] Koutsourelis M, Michalas L, Gantis A, et al. A study of deposition conditions on charging properties of PECVD silicon nitride films for MEMS capacitive switches [J]. *Microelectronics Reliability*, 2014, 54: 2159 – 2163.
- [8] Zhang Guangping, Volkert C A, Schwaiger R, et al. Length-scale-controlled fatigue mechanisms in thin copper films [J]. *Acta Materialia* 2006, 54(11): 3127 – 3139.
- [9] Schwaiger R, Kraft O. Size effects in the fatigue behavior of thin Ag films [J]. *Acta Materialia* 2003, 51(1): 195 – 206.
- [10] Watkins L R. A phase-stepped spectroscopic ellipsometer [J]. *Optics and Lasers in Engineering* 2015, 67: 182 – 185.
- [11] Urban III F K, Barton D. Numerical ellipsometry: Ellipsometer analysis in the  $n$ - $k$  plane for select combinations of metals, semiconductors, and insulators [J]. *Thin Solid Films*, 2008, 517: 1063 – 1071.
- [12] 李 刚, 王瑞斌, 李慧琴. 测量薄膜表面粗糙度方法的研究 [J]. *实验室研究与探索* 2006, 25(11): 1355 – 1357.

#### 作者简介:

陈 莉(1981-) 女, 甘肃嘉峪关人, 硕士, 工程师, 研究方向为微纳系统测试。