

## Silizium-Mikro-Kraftnormal

M.Sc. Gerry Hamdana<sup>1</sup>, B.Sc. Chunlei Yan<sup>1</sup>, B.Sc. Lei Zhou<sup>1</sup>, Dr.-Ing. Hutomo Suryo Wasisto<sup>1</sup>, Dr. Lutz Doering<sup>2</sup>, Dr. Uwe Brand<sup>2</sup>, Dr. Thomas Frank<sup>3</sup>, Prof. Erwin Peiner<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Technische Universität Braunschweig, Institut für Halbleitertechnik (IHT), Hans-Sommer-Straße 66, und Laboratory for Emerging Nanometrology (LENA), 38106 Braunschweig

<sup>2</sup>Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), AG 5.11 Härte und taktile Antastverfahren, Bundesallee 100, 38116 Braunschweig

<sup>3</sup>CiS Forschungsinstitut für Mikrosensorik GmbH, Konrad-Zuse-Straße 14, 99099 Erfurt

### Zusammenfassung

Ein transferierbares Mikro-Kraftnormal für die Kalibrierung von Nano-Indentern wird beschrieben. Es besteht aus einem zweiseitigen Membran-/Mäander-Federsystem mit Antastkörper in Silizium, dessen Funktion mit Finite-Elemente-Modellierung überprüft wird. Die Herstellung basiert auf Doppelschicht-SOI (silicon on insulator) und Bulk-Mikromechanik mit kryogenem Trockenätzen zur Erzeugung der Mäanderfedern sowie elektrisch isolierter piezoresistiver Dehnungswandler. Kalibrierung an einer Ultrapräzisions-Messeinrichtung im Bereich bis 80  $\mu\text{N}$  ergibt lineare Kraft-Weg- und Kraft-Spannungskennlinien mit sehr guter Reproduzierbarkeit der daraus ermittelten Steigungen. Dabei ist die Kraft-Empfindlichkeit nahezu unabhängig von der Position der Krafteinleitung auf dem Antastkörper. Dies ist neben den gemessenen geringen Querempfindlichkeiten der piezoresistiven Dehnungswandler eine wichtige Voraussetzung für den Feldeinsatz zur routinemäßigen Kalibrierung von Nano-Indentern.

**Keywords:** Piezoresistive Messbrücke, Silizium-Mikromechanik, kryogenes Trockenätzen, Mäander-Feder, Nano-Härtemesser.

### Einleitung

Die instrumentierte Eindringprüfung ist ein etabliertes Verfahren für die Messung von Härte und Elastizitätsmodul von Materialien und darüber hinaus auch im Einsatz bei aktuellen Forschungs- und Entwicklungsarbeiten im Bereich neuer Analysemethoden, Werkstoffen, Nanostrukturierungsverfahren, etc. [1-5]. Taktile Messtechnik erfordert eine regelmäßige normgerechte Kalibrierung [6] mit transferierbaren Normalen für die Antastkraft, wie z.B. für Tastschnittgeräte mit Biegebalken-Normalen aus Silizium möglich [7]. Für die Kalibrierung von Indentern für die instrumentierte Eindringprüfung sind kalibrierte mikromechanische Silizium-Federn verfügbar, die allerdings neben einer hohen Linearität einen Kalibrierpunkt in der Kraft-Auslenkungs-Charakteristik aufweisen [8-10]. Man erreicht dies durch eine Verbindung zweier Federkörper in einem Chip-Stapel [8,9] oder auch monolithisch integriert an der Oberfläche eines einzigen Chips [10]. Die erforderliche Kombination zweier Federkörper hat allerdings Nachteile: der wiederkehrende temporäre Kontakt der Federn ruft Verschleiß und Drift hervor. Außerdem sind die Kalibrierparameter von der Positionierung der

Krafteinleitung abhängig. Schließlich erfolgt die Bestimmung der Antastkraft nur indirekt über die Anzeige der Auslenkung.

Diese Nachteile werden umgangen, wenn man direkt auslesende Biegefedern verwendet, beispielweise piezoresistive Silizium-Federkörper [11]. Hier wird die Antastkraft direkt über die Verstimmung einer integrierten piezoresistiven Wheatstoneschen Messbrücke (WB) angezeigt, d.h. es reicht aus, das Kraftnormal auf seine Kraft-Empfindlichkeit zu kalibrieren ohne einen zusätzlichen Kalibrierpunkt in der Kraft-Messspannungs-Charakteristik. Die Eignung piezoresistiver Silizium-Cantilevern für die Kalibrierung taktile Messwerkzeuge konnte für Tastschnittgeräte aber auch an Mikropipetten für in-vivo-Messungen an Herzmuskelzellen von Mäusen gezeigt werden [12].

Für die Kraftkalibrierung von Indentern sind Kragbalkenfedern aufgrund ihrer geringen Toleranz bezüglich der geforderten Positioniergenauigkeit des Eindringkörpers allerdings ungeeignet. Ein hierfür entwickeltes Kraftnormal für den Mikronewton-Bereich basiert daher auf der beidseitigen Einspannung eines Antastkörpers über kombinierte Mäander-/Membranfedern (Abb. 1, [13]). Mäanderfedern

in Kombination mit Biegefedern sind geeignet, die mit wachsender Auslenkung zunehmenden lateralen Verzerrungen aufzunehmen und so für einen großen linearen Bereich des Kraftnormals zu sorgen. Labormuster, die mit Hilfe von reaktivem Ionenätzen bei kryogener Temperatur in Silizium realisiert werden konnten, bestätigen das aus einer Finite-Elemente-Modellierung abgeleitete Kraft-Auslenkungsverhalten [14]. Für den industriellen Einsatz muss das Mikro-Kraftnormal zudem eine WB mit minimaler Querempfindlichkeit auf nicht konstante Umgebungsbedingungen wie Temperatur-, Feuchte- und Licht. Rauschen der WB, das die minimal detektierbare Kraft begrenzt, sollte so gering wie möglich sein. Eine elektrische und thermische Entkopplung von der Feder über eine  $\text{SiO}_2$ -Schicht hat sich hier als wirkungsvoll erwiesen [15,16]. Im vorliegenden Beitrag wird nun das mechanisch-elektrische Verhalten des Kraftnormals untersucht, d. h. die Abhängigkeit der Ausgangsspannung der piezoresistiven Messbrücke von einer eingeleiteten Punktkraft analysiert. Besonderes Augenmerk liegt hier auf der Wiederholbarkeit bei Variation der Position der Kräfteinleitung auf dem Antastkörper.

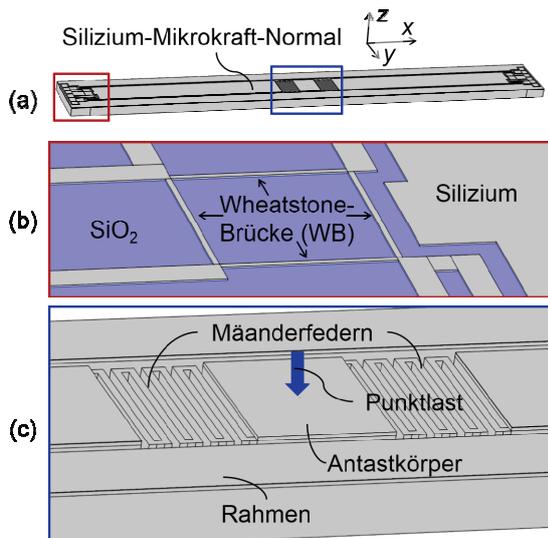


Abb. 1: Silizium-Mikro-Kraft-Normal in schematischer Darstellung: Gesamtansicht (a), leckstromfreie Messbrücke (rot umrandet, b) und Antastkörper mit Mäanderfedern (blau umrandet, c).

### Finite-Elemente-Modellierung (FEM)

Vor der Herstellung wurden Kraft-Auslenkungs- sowie Kraft-Spannungs-Kurven des Silizium-Mikro-Kraftnormals mit Finite-Elemente-Modellierung (FEM) analysiert (COMSOL Multiphysics 4.3b). Der Antastkörper hat eine Fläche von  $1 \text{ mm}^2$  und eine Dicke

von  $350 \mu\text{m}$ . Die Mäanderfedern haben jeweils 7 Stege einer Breite von etwa  $25 \mu\text{m}$ , Abständen von etwa  $75 \mu\text{m}$  und einer Höhe von  $350 \mu\text{m}$ . Die Membranfedern sind jeweils  $420 \mu\text{m}$  lang,  $1 \text{ mm}$  breit und  $25 \mu\text{m}$  dick. Abbildung 2 stellt das Strukturmodell im Bereich der WB dar. Die Färbung zeigt die elektrische Spannung an, die sich bei einer Speisung der WB mit  $U_{0,\text{ein}} = 1 \text{ V}$  und einer Antastung des Mikro-Kraftnormals mit  $1 \text{ mN}$  ergibt. Man erkennt den Spannungsabfall aufgrund der Zuleitungs-widerstände, der dazu führt, dass  $U_0 < U_{0,\text{ein}}$ .

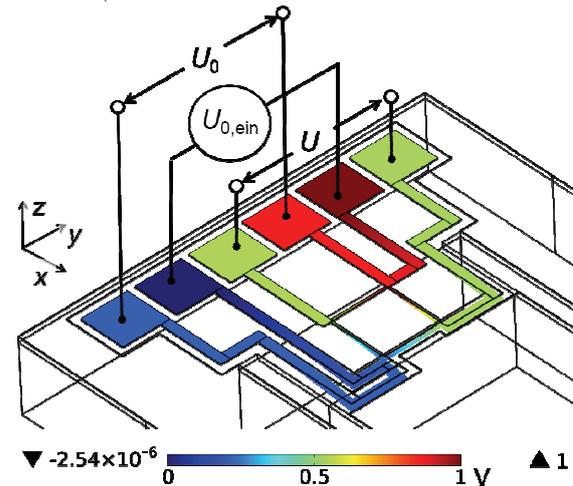


Abb. 2: Wheatstonesche Messbrücke (WB) mit Vierleiter-Spannungsspeisung.

In Abb. 3 sind entsprechende Kraft-Auslenkungs- (a) sowie Kraft-Spannungs-Kurven (b) dargestellt. Es ergibt sich eine Federsteifigkeit von  $12,7534 \pm 0,0004 \text{ N/m}$  mit sowie eine Kraft-Empfindlichkeit von  $19,787 \pm 0,003 \text{ V/N}$ , jeweils mit einer erwarteten sehr guten Linearität.

### Herstellung

Silizium-Mikro-Kraftnormale wurden aus Double-Layer-Silicon-on-Insulator-Wafern (DL-SOI) hergestellt (Active Business Comp. GmbH, München). Aufbau und Schichtparameter sind in Tab. 1 zusammengestellt. Auf dem Substrat (handle) befinden sich eine Oxidschicht (BOX2), eine mittlere Siliziumschicht (middle) für die Membranfeder, eine weitere Oxidschicht (BOX1) und eine obere Siliziumschicht (device) für die piezoresistive WB. Die Herstellung des Mikro-Kraftnormals erfolgt in einer Abfolge von Einzelschritten, die in sechs Blöcken zusammengefasst werden kann (Abb. 4). Der Prozess beginnt mit einer Piranha-Reinigung ( $\text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{SO}_4 = 1:1$ ;  $90 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $5 \text{ min}$ ) zur Entfernung organischer Rückstände. Dieser Schritt wird mehrere Male wiederholt, z. B.

vor und nach der thermischen Oxidation und vor jeder Lithographie.

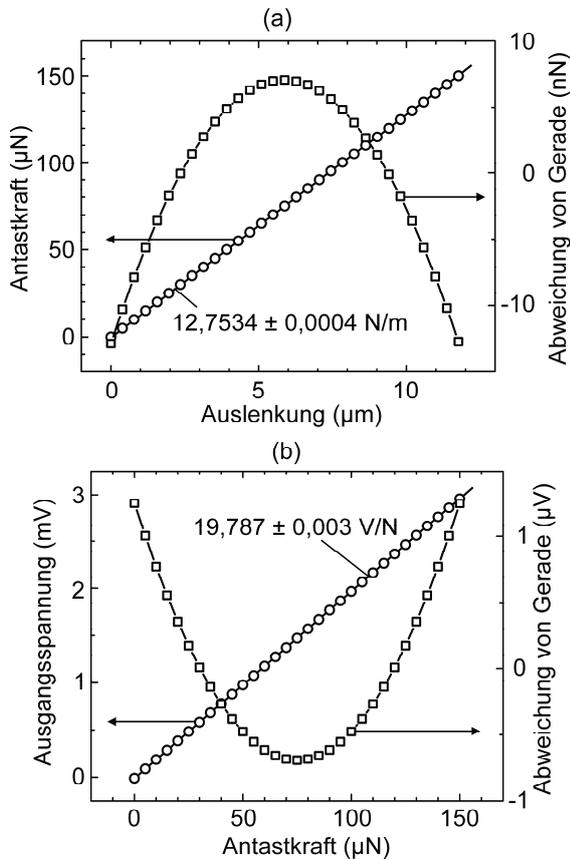


Abb. 3: Ergebnisse von FEM-Rechnungen im Kraftbereich von 0 bis 150  $\mu\text{N}$ .

Tab. 1: DL-SOI-Wafer-Parameter

| Parameter            | Schicht | Werte                           |
|----------------------|---------|---------------------------------|
| Kristallorientierung | alle    | (001)                           |
| Dotierung            | device  | p-Typ, Bor                      |
| Spez. Widerstand     | device  | 0,01-0,02 $\Omega\text{cm}$     |
| Dicke                | device  | (3 $\pm$ 1) $\mu\text{m}$       |
|                      | BOX1    | (0,2 $\pm$ 0,01) $\mu\text{m}$  |
|                      | middle  | (25 $\pm$ 0,5) $\mu\text{m}$    |
|                      | BOX2    | (0,5 $\pm$ 0,025) $\mu\text{m}$ |
|                      | handle  | (350 $\pm$ 15) $\mu\text{m}$    |

(a) Für eine niederohmige Kontaktierung der WB wird eine  $p^+$ -Diffusion durchgeführt (Bor; 1200 °C; 30 min). Die Maskierung hierfür erfolgt mit thermischem  $\text{SiO}_2$  (300 nm; 1100 °C).

(b) Durch Trockenätzung bei kryogener Temperatur (cryo-DRIE: deep reactive ion etching) wird nun die WB hergestellt (SI 500 C; SENTECH Instruments GmbH, Berlin). Als Ätzgase werden  $\text{SF}_6$  (129 sccm)

und  $\text{O}_2$  (7 sccm) eingesetzt. Durch die passivierende Wirkung der Ätzprodukte z. B.  $\text{SiO}_x\text{F}_y$ , die sich bei kryogener Temperatur auf den Seitenwänden der erzeugten Vertiefungen ablagern, wird eine Unterätzung der Maskierung (Photolack S 1818) nahezu vermieden (ICP-Leistung: 500 W, HF-Leistung: 6 W, Prozesstemperatur: -80 °C).

(c) BOX1 wird mit gepufferter HF strukturiert, Metallisierungsschichten (Cr/Au; 30/300 nm) zum Anschluss der WB und zur Markierung der optimalen Position der Kräfteinleitung im Zentrum des Antastkörpers werden aufgedampft und mit Lift-off strukturiert.

(d) Mit cryo-DRIE (s.o.; Ätzdauer: 12~15 min) wird jetzt der Antastkörper strukturiert. Anschließend wird BOX2 mit gepufferter HF entfernt.

(e) Die Mäanderfedern werden von der Rückseite des Wafers, wieder mit cryo-DRIE strukturiert (s.o.; Ätzdauer: 1,5 h).

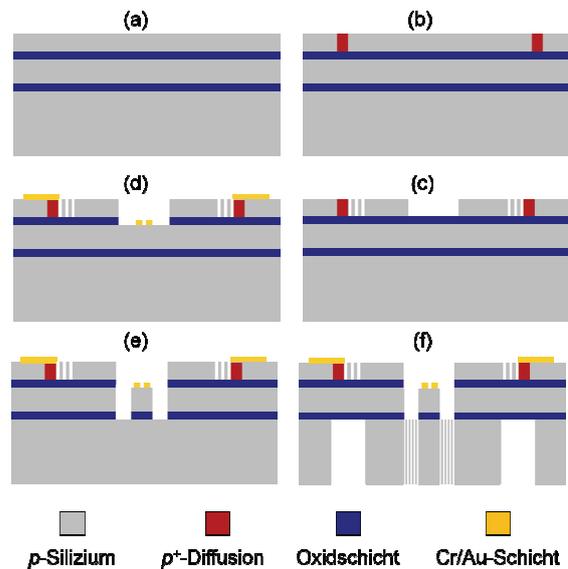


Abb. 4: Sensorherstellung (schematisch).

In Abb. 5 ist ein hergestelltes Mikro-Kraftnormal (a) und Bereichsvergrößerungen der WB (b, c) bzw. des Antastkörpers und der Mäanderfedern (d) mit Rasterelektronen-Mikroskopie (REM) dargestellt.

## Ergebnisse

Vor den Funktionstests wurden die geometrischen Abmessungen der WB und der Federn ermittelt. In Abb. 6 wird die mit Laser-Scanning-Mikroskopie (LSM) aufgenommene Topographie einer WB gezeigt. Man erkennt die sehr gleichmäßige Form der longitudinalen und transversalen Widerstände mit nahezu rechteckigem Querschnitt und nur geringfügig

unterschiedlichen Abmessungen mit Breiten von  $8,64 \pm 0,14 \mu\text{m}$  und Höhen von  $2,75 \pm 0,05 \mu\text{m}$ . Der sich ergebende mittlere Widerstandswert beträgt  $3383 \pm 84 \Omega$ . Hieraus resultiert eine Offsetspannung von  $6,1 \text{ mV/V}$ .

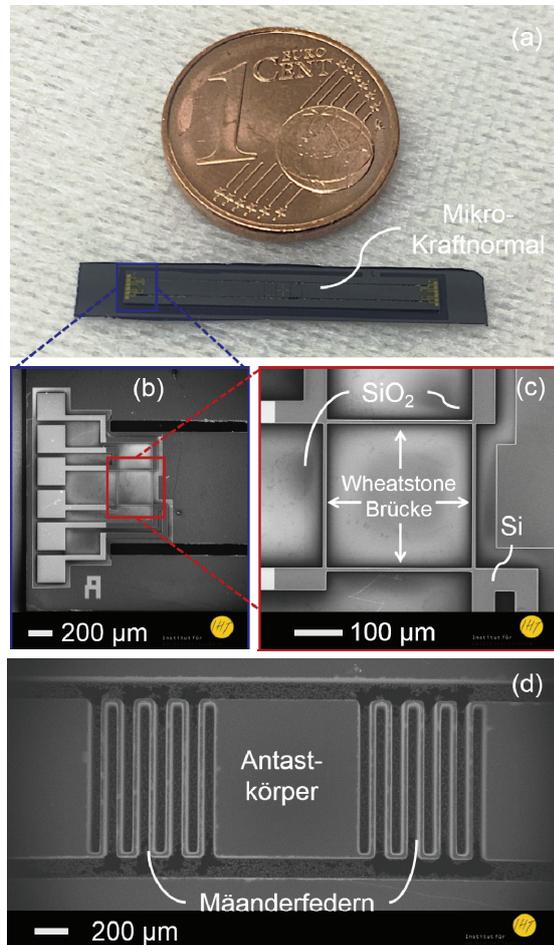


Abb. 5: Mikro-Kraftnormal: Gesamtansicht (a) und REM-Bilder der WB in unterschiedlicher Vergrößerung (b, c) sowie des Antastkörpers mit den Mäanderfedern (d).

Die gemessenen Querempfindlichkeiten gegenüber Licht, Temperatur und relativer Feuchte (Tab. 2) zeigen geringere Werte als konventionelle durch Diffusion oder Implantation hergestellte WB. Betreibt man die WB mit einer Wechselspannungsspeisung findet man zusätzlich deutliche geringere Werte für das Rauschen (Faktor 2,5 bis 5 im Frequenzbereich von 200 mHz bis 1,6 kHz). Bei diffundierten und implantierten WB führt die Wechselspannungsspeisung aufgrund der elektrischen Kopplung von Substrat und Widerstand über einen *pn*-Übergang zu keiner Verbesserung des Rauschens.

Anschließend wurden an den realisierten Mikro-Kraftnormalen in einer klimatisierten Messkammer unter konstanten Werten für Tempera-

tur, Feuchte und Druck eine große Anzahl von Kraft-Auslenkungs- und Kraft-Spannungs-Kurven gemessen.

Tab. 2: Querempfindlichkeit der WB

| Parameter     | Bereich    | Offsetdrift        |
|---------------|------------|--------------------|
| Licht, 635 nm | 0 – 2 mW   | + 0,35 mV          |
| Temperatur    | 35 – 44 °C | - 10 $\mu\text{V}$ |
| rel. Feuchte  | 7 – 43 %   | + 6 $\mu\text{V}$  |

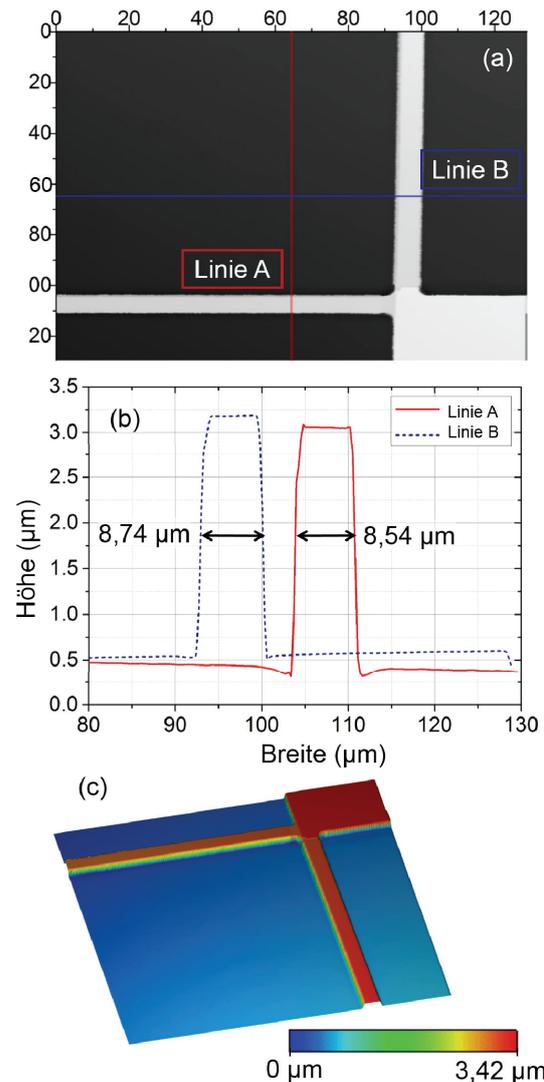


Abb. 6: Abmessungen der WB mit LSM gemessen. Die Linienprofile in (b) sind an den in (a) gegebenen Orten aufgenommen.

Abbildung 7 zeigt den Messaufbau. Das Mikro-Kraftnormal ist mit einer Nanostelleinrichtung verbunden, die durch einen hochpräzisen Positionierer (PI-725) angetrieben wird.

Eine Tastkugel aus Rubin (Durchmesser  $300 \mu\text{m}$ ) ist über einen Stift mit einer Ultrapräzisionswaage (Sartorius SC2) verbunden. Trifft

der Antastkörper auf die Kugel, kann die jeweilige Last auf das Mikro-Kraftnormal ermittelt werden. Weil es sich hier um eine Kompensationswaage handelt, entspricht die Auslenkung des Antastkörpers direkt der Anzeige der Nanostelleinrichtung. Die resultierende Verformung der Membranfedern führt über den piezoresistiven Effekt zu einer Verstimmung der WB. Man erhält sehr lineare Kraft-Auslenkungs- bzw. Spannungs-Kraft-Kurven, deren Steigungen der Federsteifigkeit bzw. der Kraft-Empfindlichkeit entsprechen.

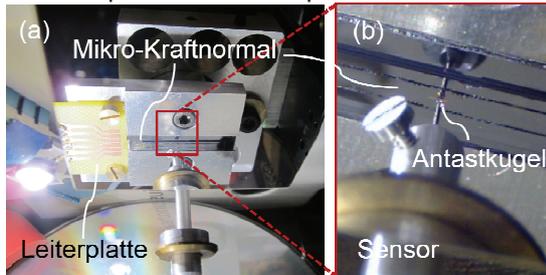


Abb. 7: Messaufbau zur Kalibrierung von Mikro-Kraftnormalen.

In Abb. 8 sind Messergebnisse für Federsteifigkeit in Abhängigkeit von der Position der Krafteinleitung auf dem Antastkörper dargestellt. Man findet mittlere Werte von  $8,18 \pm 0,074$  N/m bzw.  $15,32 \pm 0,22$  V/N, die von den gemäß FEM erwarteten Werten ( $12,7534 \pm 0,0004$  N/m bzw.  $19,787 \pm 0,003$  V/N) abweichen. Wir führen dies auf Abweichungen in der Form und in den Abmessungen der Mäanderfedern vom Zieldesign zurück. Wie erwartet findet man eine geringe Abhängigkeit von der Position der Krafteinleitung. Dies gilt insbesondere für die Kraft-Empfindlichkeit, bei der sich auch Unebenheiten auf der Oberfläche des Antastkörpers, beispielweise durch Verschmutzung nicht störend auswirken. Dies ist im Hinblick auf den Einsatz der Mikro-Kraftnormale im industriellen Einsatz ein wichtiger Vorteil.

### Zusammenfassung und Ausblick

Das beschriebene transferierbare Mikro-Kraftnormal für die Kalibrierung von Nano-Indentern besteht aus einem zweiseitigen Membran-/Mäander-Federsystem mit Antastkörper in Silizium. Die Funktionsüberprüfung mit Finite-Elemente-Modellierung ergibt sehr lineares Verhalten. Die Herstellung basiert auf Doppelschicht-SOI (silicon on insulator) und Bulk-Mikromechanik mit kryogenem Trockenätzen zur Erzeugung von Mäanderfedern sowie von elektrisch isolierten piezoresistiven Dehnungswandlern. Kalibrierung von Labormustern an einer Ultrapräzisions-Messeinrichtung im Bereich bis  $80 \mu\text{N}$  ergibt

lineare Kraft-Weg- und Kraft-Spannungs-Kennlinien mit sehr guter Reproduzierbarkeit der daraus ermittelten Steigungen. Dabei ist die Kraft-Empfindlichkeit nahezu unabhängig von der Position der Krafteinleitung auf dem Antastkörper. Dies ist neben den gemessenen geringen Querempfindlichkeiten der piezoresistiven Dehnungswandler gegenüber Licht, Temperatur und Feuchte eine wichtige Voraussetzung für den Feldeinsatz des Mikro-Kraftnormals zur routinemäßigen Kalibrierung von Nano-Indentern. Im Weiteren wird insbesondere der cryo-DRIE-Prozess zur Herstellung der Mäanderfedern weiter verbessert.

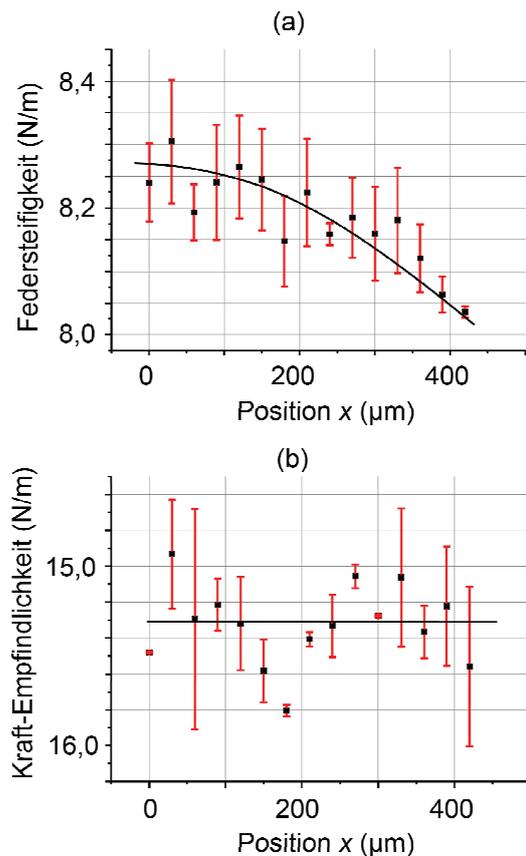


Abb. 8: Kalibrierung eines Mikro-Kraftnormals in einer Ultrapräzisions-Messeinrichtung im Bereich bis  $80 \mu\text{N}$ . Aufgetragen sind die hieraus bestimmten Steigungen in Abhängigkeit vom Ort der Krafteinleitung auf dem Antastkörper entlang der x-Achse (s. Abb. 1a).

### Danksagung

Für die kontinuierliche tatkräftige Unterstützung bei den technologischen Arbeitsschritten im Reinraumlabor des IHT sei Frau Juliane Arens herzlich gedankt.

## Literaturnachweis

- [1] M. Yetna N'Jock, F. Roudet, M. Idriss, O. Bartier, D. Chicot, "Work-of-indentation coupled to contact stiffness for calculating elastic modulus by instrumented indentation", *Mech. Mater.* **94**, 170–179 (2016); doi: [10.1016/j.mechmat.2015.12.003](https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2015.12.003)
- [2] V. I. Zafiropoulou and A. E. Giannakopoulos, "Evaluation of hyperelastic material properties based on instrumented indentation", *Surface Effects and Contact Mechanics including Tribology XII: Computational Methods and Experiments* **91**, 153-160, (2015)
- [3] K. Fu, L. Chang, B. Zheng, Y. Tang, H. Wang, "On the determination of representative stress – strain relation of metallic materials using instrumented indentation", *J. Mater.* **65**, 989–994 (2015) doi: [10.1016/j.matdes.2014.10.018](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.018)
- [4] U. Brand, T. Chudoba, M. Griepentrog, D. Schwenk, G. Bosch, H. Scheerer, E. Gärtner, "Round robin for testing instrumented indenters with silicon reference springs", *International Journal of Materials Research* **106**, 1215-1223 (2015) doi: [10.3139/146.111309](https://doi.org/10.3139/146.111309)
- [5] Z. Li, S. Gao, F. Pohlenz, U. Brand, L. Koenders, E. Peiner, "Determination of the Mechanical Properties of Nano-Pillars Using the Nanoindentation Technique", *Nanotechnology and Precision Engineering* **12**, 182-188 (2014) doi: [10.13494/j.npe.20130018](https://doi.org/10.13494/j.npe.20130018)
- [6] *DIN 32567-3:2014-10* "Production equipment for microsystems—determination of the influence of materials on the optical and tactile dimensional metrology—derivation of correction values for tactile measuring devices"; Available at: [www.beuth.de/de/norm/din-32567-3/215490275](http://www.beuth.de/de/norm/din-32567-3/215490275) (Accessed: 29 Apr 2015)
- [7] SiMetricS GmbH 2009 „Force Standard Type FS-C Cantilever“
- [8] J. Frühauf, E. Gärtner, K. Herrmann, F. Mene-lao, „Kalibriernormal für Geräte der registrierenden Härteprüfung“, *tm - Technisches Messen* **74**, 7–8 (2007); doi: [10.1524/teme.2007.74.7-8.385](https://doi.org/10.1524/teme.2007.74.7-8.385)
- [9] SiMetrics GmbH; „Force Standard FS-FD for Instrumented Indentation Testing“, (2009)
- [10] U. Brand, Z. Li, S. Gao, S. Hahn, und K. Hiller, „Silicon double spring for the simultaneous calibration of probing forces and deflections in the micro range“, *Meas. Sci. Technol.* **27**, 015601 (2015); doi: [10.1088/0957-0233/27/1/015601](https://doi.org/10.1088/0957-0233/27/1/015601)
- [11] I. Behrens, L. Doering, E. Peiner, "Piezoresistive Cantilever as Portable Micro Force Calibration Standard", *J. Micromech. Microeng.* **13**, 171-177 (2003); doi: [10.1088/0960-1317/13/4/325](https://doi.org/10.1088/0960-1317/13/4/325)
- [12] Erwin Peiner, Lutz Doering, Michael Balke, Andreas Christ, "Kontur , Rauheits und Kraftmesstechnik mit Silizium Cantileversonden", *tm - Technisches Messen* **75**, 99-109 (2008); doi: [10.1524/teme.2008.0856](https://doi.org/10.1524/teme.2008.0856)
- [13] L. Doering, V. Nesterov, E. Peiner, "Mikrokräftsensor", *Deutsches Patent* Nr. 10 2010 012 701, 17. 10. 2013
- [14] H. S. Wasisto, L. Doering, A. Daus, U. Brand, T. Frank, E. Peiner, "Development of silicon micro-force sensors integrated with double meander springs for standard hardness test instruments", *Proc. SPIE 9517, Smart Sensors, Actuators, and MEMS VII; and Cyber Physical Systems*, 95171X (May 21, 2015); doi: [10.1117/12.2180117](https://doi.org/10.1117/12.2180117)
- [15] J. Kähler, E. Peiner, A. Stranz, A. Waag, "High temperature piezoresistive strain gauges made of Silicon-On-Insulator", *Patentanmeldung* US 2013/0068008 A1, WO 2012/141843 A3
- [16] J. Kähler, A. Stranz, L. Doering, S. Merzsch, N. Heuck, A. Waag, E. Peiner, "Fabrication, Packaging, and Characterization of p-SOI Wheatstone Bridges for Harsh Environments", *Micro-syst. Technol.* **18**, 869-878 (2012); doi: [10.1007/s00542-011-1396-6](https://doi.org/10.1007/s00542-011-1396-6)