

УДК 53.043

DOI: 10.22184/NanoRus.2019.12.89.511.514

# ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ ДВУХСЛОЙНЫХ МЕМБРАН $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$

## INVESTIGATING MECHANICAL STRENGTH OF TWO-LAYER $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ MEMBRANES

ДЮЖЕВ НИКОЛАЙ АЛЕКСЕЕВИЧ  
djuzhev@unicm.ru

DYUZHEV NIKOLAY A.  
djuzhev@unicm.ru

ГУСЕВ ЕВГЕНИЙ ЭДУАРДОВИЧ  
bubbledouble@mail.ru

GUSEV EVGENIY E.  
bubbledouble@mail.ru

ДЕДКОВА АННА АЛЕКСАНДРОВНА  
my\_name9999@mail.ru

DEDKOVA ANNA A.  
my\_name9999@mail.ru

ГЛАГОЛЕВ ПЕТР ЮРЬЕВИЧ  
skirdovf@mail.ru

GLAGOLEV PETR YU.  
skirdovf@mail.ru

ЦКП «МСТ и ЭКБ» МИЭТ

R&D Center "MST and ECB" MIET

Проведено исследование механической прочности мембранного элемента, представляющего собой двухслойную структуру из оксида и нитрида кремния на кремниевой подложке. Экспериментально определено критическое давление разрыва круглой мембраны для различных диаметров. Показана упругая деформация. Результаты численного моделирования в среде COMSOL показывают распределение механических напряжений по диаметру мембраны. Указана область разрыва мембраны. Приведено сравнение результатов аналитического расчета, численного моделирования и эксперимента.

*Ключевые слова:* механическая прочность; механические напряжения; двухосный модуль упругости.

A study has been made of the mechanical strength of a membrane element. The element is a two-layer structure of silicon oxide and silicon nitride on a silicon substrate. The critical pressure of a circular membrane is experimentally determined for various diameters. The elastic deformation has been shown as well as the distribution of mechanical stresses along the membrane diameter by numerical simulation in the COMSOL program. The area of critical deformation of membrane has been indicated. A comparison of the results of analytical calculation, numerical simulation and experiment has been made.

*Keywords:* mechanical strength; mechanical stresses; biaxial Young's modulus.

### ВВЕДЕНИЕ

Мембрана часто играет ключевую роль в сенсорах (МЭМС-устройствах). Мембрана изготовлена по микро- и нанотехнологии. Представляет собой пленку, часть которой расположена в воздухе и часть на подложке (основании). Является частью анода в рентгеновских источниках или является частью чувствительного элемента в газовых детекторах. Размер фокусного пятна и интенсивность рентгеновского излучения увеличиваются с ростом площади мембраны [1]. Увеличивается рабочая площадь измерений датчика расхода воздуха. С другой стороны, снижается механическая прочность структуры, следовательно, уменьшается величина избыточного давления, которое может выдержать структура без разрушения. Кроме того, повышается вероятность разрушения при экспонировании электронами анода или детектировании высоких скоростей потоков газов. Поэтому необходимо контролировать механическую прочность мембран [2, 3].

### ИЗГОТОВЛЕНИЕ СТРУКТУРЫ

В данной работе авторы использовали пластину кремния диаметром 150 мм и толщиной 670 мкм. Была сформирована круглая мембрана на Si-кристалле квадратной формы со стороной 6 мм. Исследуемая структура состоит из диэлектрических слоев  $\text{SiO}_2$  толщиной 0,5 мкм и  $\text{Si}_3\text{N}_4$  толщиной 0,13 мкм. Топология

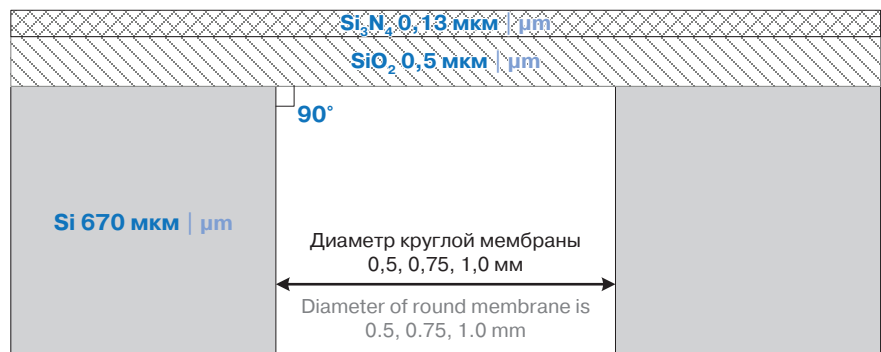


Рис. 1. Исследуемая структура

Fig. 1. Investigated structure

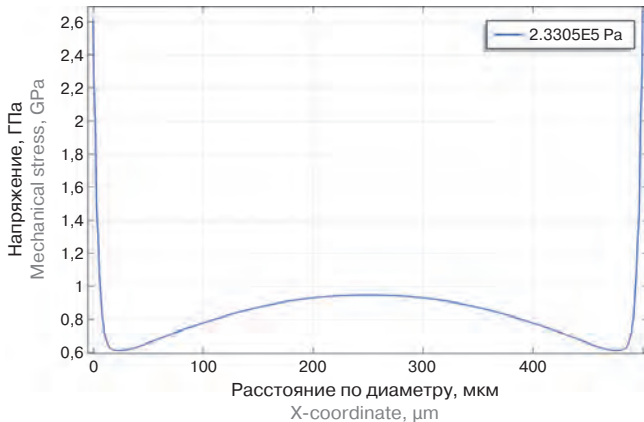


Рис. 2. Распределение механических напряжений по диаметру мембраны 500 мкм при критическом избыточном давлении 2,3 атм  
Fig. 2. Distribution of mechanical stress across the 500 microns diameter membrane with a critical excess pressure of 2.3 atm

набора мембран представляет собой круг диаметром 0,5 мм, 0,75 мм и 1,0 мм, расположенный по центру кристалла. Отделение пленки от подложки осуществлялось посредством сухого плазмохимического травления (Bosch-процесс). В результате сформирована цилиндрическая полость в кремниевой подложке (рис. 1). В мембране отсутствуют концентраторы механических напряжений за счет использования шаблона круглой формы.

### ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ

Проведено моделирование в среде COMSOL. В численном моделировании и дальнейших аналитических расчетах использованы значения постоянных упругости (модуля

упругости  $E$  и коэффициента Пуассона  $\mu$ ) из среды COMSOL, а именно:  $E(\text{Si}_3\text{N}_4) = 250$  (ГПа),  $\mu(\text{Si}_3\text{N}_4) = 0,23$ ,  $E(\text{SiO}_2) = 70$  (ГПа),  $\mu(\text{SiO}_2) = 0,17$ . Распределение механических напряжений по диаметру мембраны при критическом избыточном давлении показано на рис. 2.

Из рис. 2 видно, что максимальные механические напряжения локализованы на границе мембрана/подложка. Зависимость максимального механического напряжения от избыточного давления представлена на рис. 3.

Максимальное механическое напряжение от избыточного давления хорошо описывается степенной функцией. Сравнивая полученное экспериментальное значение максимального механического напряжения мембраны с литературными значениями [4, 5, 6] (предел текучести для  $\text{SiO}_2$  8,4 ГПа, для  $\text{Si}_3\text{N}_4$  — 14,0 ГПа), можно подтвердить, что постоянные величины для объемных и пленочных материалов различаются в несколько раз.

### АНАЛИТИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ

Метод зависимости прогиба пленки  $w$  от внешней нагрузки позволяет определить двухосный модуль упругости  $E/(1-\mu)$  по формуле (1) [7, 8]

$$P = \frac{4 \cdot \sigma_o \cdot t \cdot w}{a^2} + \frac{8 \cdot E \cdot t \cdot w^3}{3 \cdot (1 - \mu) \cdot a^4}, \quad (1)$$

где  $P$  — приложенное давление,  $w$  — прогиб (отклонение) центра мембраны;  $\sigma_o$ ,  $a$ ,  $t$ ,  $E$  и  $\mu$  — остаточное напряжение, радиус, толщина, модуль Юнга и коэффициент Пуассона круглой мембраны.

Величина остаточного напряжения круглой мембраны  $\sigma_o$  составляет 100 (МПа). Используя значения постоянных упругости, приведенных выше, получили график зависимости прогиба мембраны от избыточного давления (рис. 4).

### INTRODUCTION

The membrane often plays a key role in sensors (MEMS devices). The membrane is made by micro- and nanotechnology. It is a film, part of which is located in the air and part on the substrate (base). It is part of the anode in X-ray sources, or is part of the sensitive element in gas detectors. The size of the focal spot and the intensity of X-ray radiation increase with increasing membrane area [1]. Measurement working area increases for air flow sensor. On the other hand, the mechanical strength of the structure is reduced, therefore, magnitude of excess pressure that structure can withstand without failure is also reduced. In addition, the probability of destruction increases when the anode is exposed to electrons or high gas flow rates are detected. Therefore, it is necessary to control the mechanical strength of the membranes [2, 3].

### STRUCTURE FABRICATION

In this paper, the authors used a silicon wafer with a diameter of 150 mm and a thickness

of 670  $\mu\text{m}$ . A round membrane was formed on a Si crystal of square shape with a side of 6 mm. The structure consists of 0.5  $\mu\text{m}$  thick  $\text{SiO}_2$  dielectric layers and 0.13  $\mu\text{m}$  thick  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . The topology of a set of membranes is a circle with a diameter of 0.5 mm, 0.75 mm and 1.0 mm, located in the center of the crystal. The separation of the film from the substrate was carried out by means of dry plasma-chemical etching (Bosch-process). As a result, a cylindrical cavity is formed in the silicon substrate (Fig. 1). Mechanical stress concentrators are absent in the membrane due to the use of a round-shaped template for etching.

### NUMERICAL SIMULATION

The simulation is conducted in the COMSOL environment. The values of elastic constants (modulus of elasticity  $E$  and Poisson's ratio  $\mu$ ) from COMSOL environment are used in numerical simulation and further analytical calculations, namely:  $E(\text{Si}_3\text{N}_4)$  is 250 (GPa),  $\mu(\text{Si}_3\text{N}_4)$  is 0.23,  $E(\text{SiO}_2)$  is 70 (GPa),  $\mu(\text{SiO}_2)$  is 0.17. Stress distribution along the diameter

of the membrane at the critical overpressure is shown in Fig. 2.

From Fig. 2 it can be seen that maximum mechanical stresses are localized at the membrane/substrate interface. The dependence of maximum mechanical stress  $\sigma_{\text{max}}$  on excess pressure is presented below (Fig. 3).

The dependence of maximum mechanical stress on excess pressure is well described by a power function. Next, a comparative analysis of the obtained experimental value of the maximum mechanical stress of the membrane with the reference values [4, 5, 6] (yield strength for  $\text{SiO}_2$  is 8.4 GPa, for  $\text{Si}_3\text{N}_4$  is 14 GPa) is made. It can be confirmed that the constant values for bulk and film materials differ by several times.

### ANALYTICAL CALCULATION

The dependence of deflection  $w$  on pressure  $P$  allows you to determine the biaxial modulus of elasticity  $E/(1-\mu)$  by the formula (1) [7, 8]:

$$P = \frac{4 \cdot \sigma_o \cdot t \cdot w}{a^2} + \frac{8 \cdot E \cdot t \cdot w^3}{3 \cdot (1 - \mu) \cdot a^4}, \quad (1)$$



**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ**

Использовался ранее разработанный стенд для получения зависимости прогиба мембраны от избыточного давления, определения критического избыточного давления, расчета модуля Юнга [2]. На рис. 4 наблюдается корреляция между зависимостями прогиба мембраны от давления для численного моделирования, эксперимента и аналитического расчета по формуле (1). Исходный прогиб мембраны составляет 6,7 мкм (в аналитике). Модуль Юнга  $E$  мембраны увеличен на 20% (в моделировании).

Из рисунка выше видно, что при диаметре 0,5 мм предельное избыточное давление составляет 2,3 атм. Относительная погрешность между экспериментом и моделированием составляет не более 1%. Авторы связывают погрешность с отсутствием внутренних напряжений в мембране при отсутствии избыточного давления (при моделировании). Также в результате эксперимента установлено, что круглые мембраны различного диаметра выдерживают близкие значения внешней силы. Величина силы составляет  $46,5 \pm 2$  мН.

where  $P$  is excess pressure,  $w$  is deflection of the membrane center;  $\sigma_0$ ,  $a$ ,  $t$ ,  $E$ , and  $\mu$  — residual stress, radius, thickness, Young’s modulus, and Poisson’s ratio of a circular membrane.

The magnitude of the residual stress of the circular membrane  $\sigma_0$  is 100 MPa. Using the values of the elastic constants given above, a graph of the membrane deflection versus excess pressure is obtained (Fig. 4).

**EXPERIMENTAL MEASUREMENT OF MECHANICAL PROPERTIES**

A previously developed stand has been used to obtain the dependence of the membrane deflection on excess pressure, determine the critical overpressure, and calculate the Young’s modulus [1]. In Fig. 4, there is a good correlation between the dependencies of deflection of membrane on pressure for numerical simulation, experiment, and analytical calculation using formula (1). The initial deflection of the membrane is 6.7 microns (in analytics). The Young’s modulus  $E$  of the membrane is increased by 20% (in simulation).

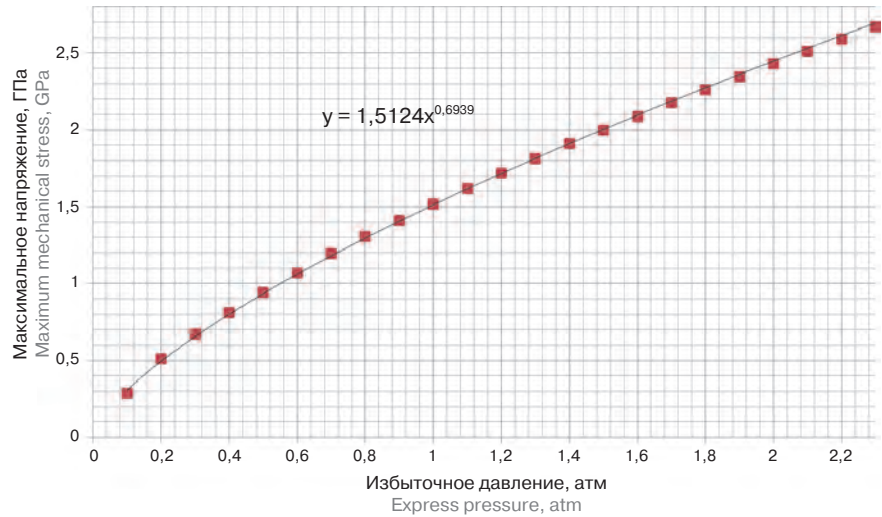


Рис. 3. Зависимость максимального механического напряжения от избыточного давления  
Fig. 3. The dependence of maximum mechanical stress on excess pressure

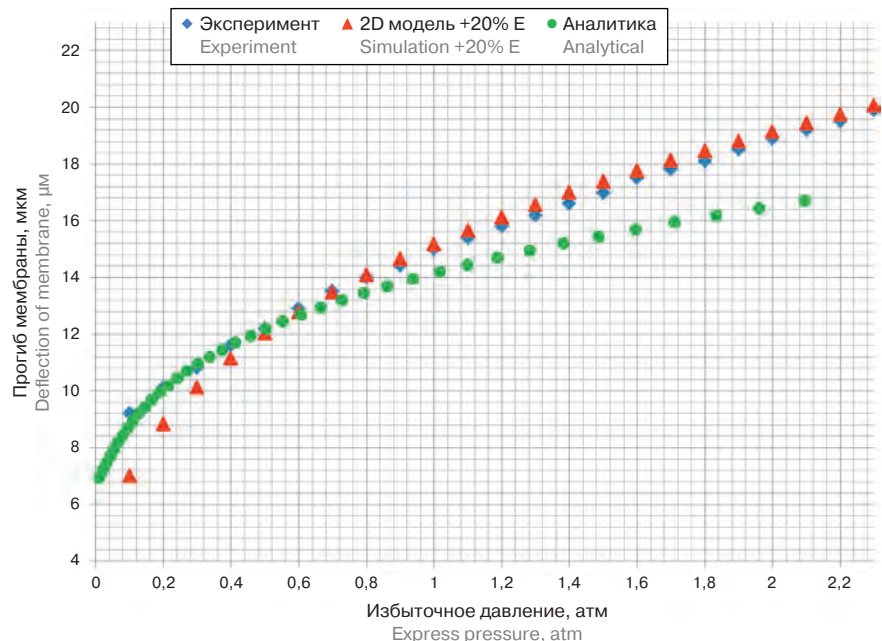


Рис. 4. Зависимость прогиба мембраны от избыточного давления для диаметра 500 мкм  
Fig. 4. The dependence of deflection of the membrane on excess pressure for a diameter of 500  $\mu\text{m}$

From the figure above it can be seen that critical excess pressure is 2.3 atm with a diameter of 0.5 mm. The relative error between experiment and simulation is no more than 1%. The authors attributed the error to the absence of internal stresses in the membrane at zero excess pressure (in simulation). Also, as a result of the experiment, it was found that circular membranes of different diameters withstand the same external force values. The magnitude of the force is  $46.5 \pm 2$  mN.

*The work was performed using the equipment of MIET R&D center “Microsystem*

*Techniques and the Electronic Components Bases” supported by the Ministry of Education and Science of the Russian Federation (state contract No.14.578.21.0188, unique identifier of the project RFMEFI57816X0188).*

**REFERENCES**

1. Dyuzhev N.A. i dr. *Razrabotka i issledovanie kontseptual'noi modeli rentgenovskogo istochnika s avtoemissionnym katodom* // Poverkhnost'. Rentgenovskie, sinkhrotronnye i neitronnye issledovaniya, 2017. №4. P. 64–70. DOI: 10.7868 / S0207352817040060.



*Работа выполнена на оборудовании ЦКП «МСТ и ЭКБ» МИЭТ при поддержке Минобрнауки РФ (соглашение №14.578.21.0188, RFMEFI57816X0188).*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Дюжев Н.А. и др., Разработка и исследование концептуальной модели рентгеновского источника с автоэмиссионным катодом // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2017. — №4. — С. 64–70. DOI: 10.7868/S0207352817040060.
2. Гусев Е.Э., Дедкова А.А., Дюжев Н.А. Исследование механической прочности многослойных мембран для МЭМС-преобразователей физических величин // Наноиндустрия. Спецвыпуск (82), 2018. — С. 538–541.
3. Дедкова А.А., Гусев Е.Э., Ларионов В.С., Дюжев Н.А. Определение механических свойств МЭМС-мембран // Третий междисциплинарный молодежный научный форум с международным участием «Новые материалы». Сборник материалов, 2017. — С. 251–254.
4. Hsu T.R. Materials for MEMS and Microsystems, Chapter 7, Book MEMS and Microsystems: Design and Manufacture, McGraw-Hill Education (India) Pvt Limited, 436 p., 2002.
5. Veikko Lindroos, Markku Tilli, Ari Lehto, Teruaki Motooka. Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies, Elsevier, 636 p., 2010.
6. Marc Madou. *Principal source for semiconductor material properties: Fundamentals of Microfabrication*, CRC Press, 769 p., 1997.
7. Micro Electronic and Mechanical Systems Book Edited by Kenichi Takahata, ISBN 978-953-307-027-8, 386 pages, Publisher: InTech, Chapters published December 01, 2009 Chapter 11 Mechanical Properties of MEMS Materials by Zdravko Stanimirović and Ivanka Stanimirović.
8. Tsuchiya T. *Evaluation of Mechanical Properties of MEMS Materials and Their Standardization* // Advanced Micro and Nanosystems, Tabata, O. & Tsuchiya, T., 1-25, 2008, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA, ISBN: 978-3-527-31494-2, Weinheim.

2. Gusev E. E., Dedkova A. A., Dyuzhev N. A. *Issledovanie mekhanicheskoi prochnosti mnogoslounykh membran dlya MEMS preobrazovatelei fizicheskikh velichin* // Nanoindustriya, 2018. № 8 (82). P. 538–541.
3. Dedkova A. A., Gusev E. E., Lariонов V. S., Dyuzhev N. A. *Opredelenie mekhanicheskikh svoistv MEMS membran. Tretii mezhdistsiplinarnyi molodezhnyi nauchnyi forum s mezhdunarodnym uchastiem «Novye materialy» Sbornik materialov.* 2017. P. 251–254.
4. Hsu T.R. Materials for MEMS and Microsystems, Chapter 7, Book MEMS and Microsystems: Design and Manufacture, McGraw-Hill Education (India) Pvt Limited, 436 p., 2002.
5. Veikko Lindroos, Markku Tilli, Ari Lehto, Teruaki Motooka. *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies*, Elsevier, 636 p., 2010.
6. Marc Madou. *Principal source for semiconductor material properties: Fundamentals of Microfabrication*, CRC Press, 769 p., 1997.
7. Micro Electronic and Mechanical Systems Book Edited by Kenichi Takahata, ISBN 978-953-307-027-8, 386 pages, Publisher: InTech, Chapters published December 01, 2009 Chapter 11 Mechanical Properties of MEMS Materials by Zdravko Stanimirović and Ivanka Stanimirović.
8. Tsuchiya T. *Evaluation of Mechanical Properties of MEMS Materials and Their Standardization*. In: Advanced Micro and Nanosystems, Tabata, O. & Tsuchiya, T., 1-25, 2008, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA, ISBN: 978-3-527-31494-2, Weinheim.



**ТЕХНОСФЕРА**  
РЕКЛАМНО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР

**ОБРАЗ  
БУДУЩЕГО  
УСПЕХА**

[www.technosfera.ru](http://www.technosfera.ru)

ЭЛЕКТРОНИКА

НАНОИНДУСТРИЯ

ФОТОНИКА

ПЕРВАЯ МИЛЯ

Аналитика

СТАНКОИНСТРУМЕНТ

Цифровая экономика