

DOI: 10.3901/JME.2009.09.261

电镀铜薄膜疲劳性能与寿命预测*

刘 豪 尚德广 马新平 孙国芹 李德胜
(北京工业大学机械工程与应用电子技术学院 北京 100124)

摘要: 利用 MMT-11N 微机械疲劳试验系统对 11.5 μm 厚无基体支持的电镀铜薄膜试件的拉伸疲劳特性进行了试验研究。试件采用准 LIGA 工艺制作。试验在室温条件下进行, 采用载荷控制、脉动循环加载, 载荷频率为 20 Hz, 得到了铜薄膜光滑试件和缺口试件的 S-N 曲线, 根据传统宏观疲劳理论确定了铜薄膜循环应力—应变曲线和应变—寿命曲线。利用修正局部应力—应变法对缺口试件的疲劳寿命进行了预测, 预测寿命与试验寿命误差在 3.2 倍因子之内, 预测结果较好地符合试验结果。试验表明, 取半寿命周期的迟滞回线作为稳定迟滞回线在微机械疲劳中仍是可信的, 局部应力—应变法亦可应用于微机电系统疲劳寿命预测, 宏观疲劳理论在一定程度上也适合于描述微机械疲劳。

关键词: 电镀 铜薄膜 疲劳 寿命预测

中图分类号: TH114

Tension-tension Fatigue Properties and Life Prediction of Electroplated Copper Films

LIU Hao SHANG Deguang MA Xinping SUN Guoqin LI Desheng
(College of Mechanical Engineering and Applied Electronics Technology,
Beijing University of Technology, Beijing 100124)

Abstract: Tensile fatigue properties of notched and smooth specimens for free-standing electroplated copper films with 11.5 μm thickness are studied. The tests are completed by using MMT-11N micro mechanical fatigue testing system. The specimens are fabricated with LIGA-like technology. The tests are carried out at room temperature under tension-tension cyclic loading with 20 Hz load frequency. S-N curve, cyclic σ -N curve and ϵ -N curve are obtained. Based on the modified local stress-strain approach, fatigue lives of notched specimens are predicted. The results agree well with the experimental fatigue lives. It proves that the hysteresis loop on half of the life cycle can be still used as stable hysteresis loop in micro mechanical fatigue, and the local stress-strain approach can be applied in life prediction of MEMS fatigue, thus the traditional fatigue research methods are also suitable for description of MEMS fatigue in a certain extent.

Key words: Electroplated Copper film Fatigue Life prediction

0 前言

近年来, 随着超大规模集成电路和微机电系统 (Micro electro-mechanical systems, MEMS) 技术的发展, MEMS 器件的市场迅速增长。铜在硅集成电路上被广泛应用于金属布线, 在 MEMS 传感器和执行器中被广泛应用于制作铜微结构^[1]。在这些应用中, 铜微构件经常承受热循环应力作用或机械循环应力

作用而发生疲劳破坏, 其疲劳强度已成为制约 MEMS 器件长期服役可靠性的因素之一, 因此近年来成为国内外研究的热点问题。

研究表明, 众多材料在宏观机械领域表现出的性能与在微观领域有很大不同^[2-4], 宏观机械疲劳特性的研究方法是否适用于微尺度机械疲劳还有待验证。此前已有一些学者对不同方法制备的不同尺度的铜薄膜的疲劳特性进行了研究, 如 ZHANG 等^[5]研究了 100 nm 厚有基体支持铜薄膜的疲劳断裂行为; MAIRE 等^[6]测定了用等通道转角挤压法制作的铜薄膜的循环应力—应变响应; READ 等^[7-8]开展了用电子束蒸发工艺制作的铜薄膜拉伸疲劳试验;

* 国家自然科学基金(50575004)、北京市自然科学基金(3092003)和北京市拔尖创新人才资助项目。20081120 收到初稿, 20090516 收到修改稿

MERCHANT 等^[9]研究了电镀和轧制铜薄膜的弯曲疲劳特性。但测试无基体支持的电镀铜薄膜疲劳特性参数并进行寿命预测, 还需进一步研究。本文测定了厚度 11.5 μm 无基体支持的电镀铜薄膜的 S-N 曲线和应变-寿命曲线。在此基础上利用修正局部应力-应变法, 预测了电镀铜薄膜缺口件的疲劳寿命。

1 疲劳试验

1.1 试件制备

试验用铜薄膜试件采用准 LIGA 工艺电镀方法制备。工艺流程如下: ① 采用标准 RCA 工艺清洗硅片; ② 在单管氧化炉中将硅片表面进行氧化, 生成约 0.5 nm 厚的氧化层; ③ 在氧化层上旋涂聚酰亚胺, 在 150 $^{\circ}\text{C}$ 下烘烤 5 min; ④ 在聚酰亚胺层上分别溅射 Cu 种子层和 Cr 层; ⑤ 进行甩胶、110 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤 1 min、曝光、显影、110 $^{\circ}\text{C}$ 固胶 5 min 等工艺; ⑥ 用刻蚀液盐酸甘油去掉铬层, 然后进行电镀; 最后溶解牺牲层聚酰亚胺释放出铜薄膜试件。本文制作的光滑试件和缺口试件形状及尺寸如图 1 所示, 试件厚度为 11.5 μm 。

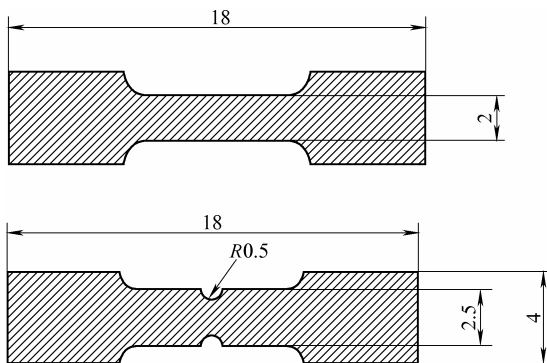


图 1 铜薄膜试件形状及尺寸(mm)

1.2 试验系统

试验采用日本岛津公司的 MMT-11N 微机械疲劳试验机, 最大载荷为 10 N, 试验系统原理图见图 2。

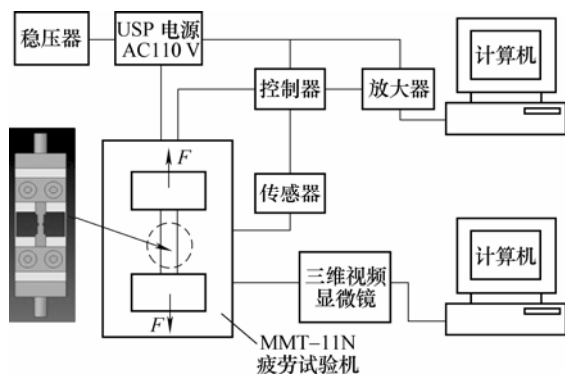


图 2 微机械疲劳试验系统原理图

试验前, 根据 MMT-11N 微机械疲劳试验机卡具的结构, 另行设计了一块铝制卡片, 卡片上有 4 个定位孔和一个试件定位槽, 先将卡片固定在手动探针台上, 在定位槽内预蘸上少量普通胶水, 将试件置入定位槽后, 通过低倍显微镜观察并手动调节平台, 利用探针拨动试件, 使之与定位槽各条对准线对齐, 并蘸上适量 502 胶使其上端黏结牢固。待 502 胶固化后, 取下卡片, 安装到试验机的卡具之上, 利用定位孔使卡片处于加载方向上, 从而保证试件处于加载方向上。试验前剪断卡片两侧细梁, 通过计算机软件控制为试验机活塞进行机械调零, 然后调节试验机转轮使试件下边线与试件定位槽下边线对齐, 再用 502 胶使其下端黏结牢固, 最后对试验机进行电气调零, 即可开展试验。

1.3 试验机应变采集误差测定

由于试验机所采集的是夹具之间的应变, 而不是试件上标定长度的应变, 故采集的应变数据大于真实的应变数据。为了测定应变误差的大小, 本文利用 Hirox KH-3000 三维视频显微镜测试了试验机应变误差, 测试方法如下所述。

在室温条件下, 利用试验机对标定长度的细铜丝进行静拉伸试验, 拉伸一段距离后停止加载并保持, 同时在三维视频显微镜上测量标定段的应变, 与试验机自动采集的应变进行比较, 得出的数据如表 1 所示。

表 1 MMT-11N 应变误差测定

试件号	MMT-11N 试验机 采集应变 ϵ_1	Hirox KH-3000 测定应变 ϵ_2	误差 $w/\%$
L01	0.044 0	0.041 3	6.5
L02	0.006 0	0.005 6	7.1
L03	0.011 0	0.010 6	3.8
L04	0.006 3	0.005 9	6.8
L05	0.018 2	0.017 8	2.2

由表 1 可知, 试验机采集的平均应变误差为 5.3%, 误差在可接受范围内。

2 试验结果及寿命预测

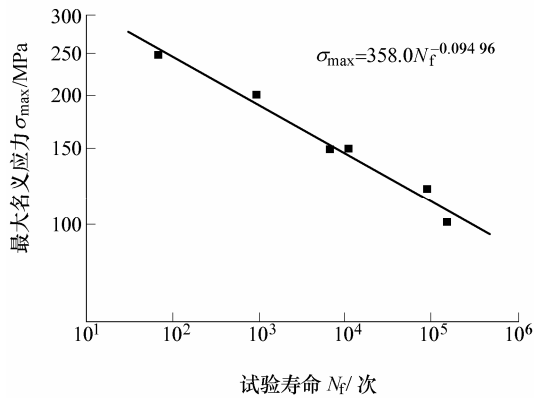
2.1 铜薄膜光滑试件与缺口试件的 S-N 曲线

本试验在室温条件下进行, 采用载荷控制, 由于铜薄膜不能承受压载荷, 故选用脉动循环加载, 应力比 $R=0$, 载荷频率为 20 Hz。试验测得的光滑试件和缺口试件的 S-N 曲线分别如图 3a 和图 3b, 图中实线为拟合数据得到的直线。

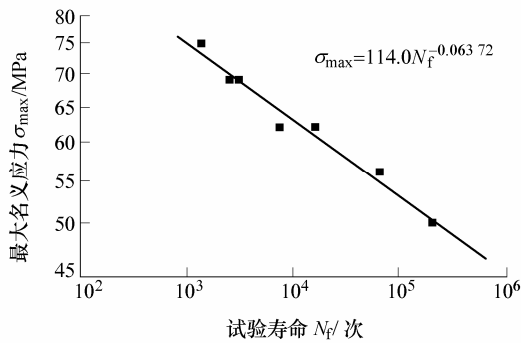
根据应力疲劳寿命公式有

$$\sigma^m N = C \quad (1)$$

式中 σ 为应力, N 为疲劳寿命, C 和 m 均为材料常数。



(a) 光滑试件



(b) 缺口试件

图3 铜薄膜 S-N 曲线

将式(1)作适当的等价变形, 可以得到新的 $\sigma-N$ 关系式, 即

$$\sigma = C' N^{m'} \quad (2)$$

式中 C' 和 m' 为新的材料常数。根据式(2)拟合本文中光滑件和缺口件的 S-N 方程分别如式(3)和式(4),

疲劳数据及拟合的曲线见图3。

光滑件

$$\sigma_{\max} = 358.0 N^{-0.09496} \quad (3)$$

缺口件

$$\sigma_{\max} = 114.0 N^{-0.06372} \quad (4)$$

2.2 循环应力—应变曲线的确定

当材料的滞回环基本趋于稳定时, 应变幅度将基本保持不变, 材料在较长时间内处于循环稳定状态。图4为光滑试件的应变幅度变化图, 横坐标为 n/N_f , 其中 n 为试验循环数, 不难看出, 当试样加载一定循环数以后, 应变幅度基本处于稳定状态。取不同应力水平下稳定环的应变数据, 即可确定循环应力—应变曲线。

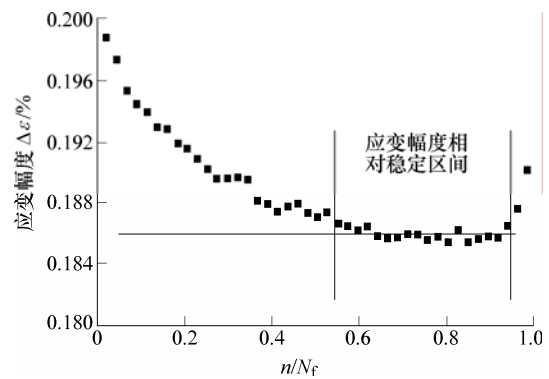


图4 光滑试件应变幅度变化图

铜薄膜疲劳试验加载参数和试验结果见表2。表2中, 获得稳定迟滞环的循环数 N 与试验寿命 N_f 的比值处于 39%~57%之间, 平均值为 48.4%, 可见, 采用试样寿命 50%左右的迟滞回线作为稳定迟滞回线不仅适合于传统块体材料, 亦适合于微机械材料。

表2 铜薄膜加载参数和疲劳试验结果

试样号	应力幅度 $\Delta\sigma/\text{MPa}$	总应变幅度 $\Delta\varepsilon/\%$	弹性应变幅度 $\Delta\varepsilon_e/\%$	塑性应变幅度 $\Delta\varepsilon_p/\%$	循环弹性模量 E'/MPa	稳定迟滞回线的 循环数 N /次	试验寿命 N_f /次
N01	250	0.612 0	0.397 2	0.214 8	62 940.6	40	74
N02	200	0.320 0	0.274 0	0.046 0	72 992.7	468	912
N03	150	0.198 0	0.189 4	0.008 6	79 197.5	4 367	11 084
N04	150	0.186 4	0.174 8	0.011 6	85 812.4	3 900	6 770
N05	120	0.158 0	0.149 4	0.008 6	80 321.3	35 100	90 816
N06	100	0.144 0	0.139 2	0.004 8	71 839.1	77 220	154 450

MORROW 等用公式描述了循环应力—应变曲线, 公式表达式为

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E'} + \left(\frac{\Delta\sigma}{2K'}\right)^{1/n'} \quad (5)$$

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E'} \quad (6)$$

式中 $\Delta\sigma$ ——应力幅度
 $\Delta\varepsilon$ ——应变幅度
 $\Delta\varepsilon_e$ ——弹性应变幅度
 $\Delta\varepsilon_p$ ——塑性应变幅度
 E' ——循环弹性模量

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \left(\frac{\Delta\sigma}{2K'}\right)^{1/n'} \quad (7)$$

K' ——循环强度系数
 n' ——循环应变硬化指数

根据式(6)和式(7),对表 2 中的数据进行拟合,得到表征电镀铜薄膜循环应力—应变特征的 n' 、 K' 、 E' 值,分别为 $n'=0.2279$, $K'=635.3$ MPa, $E'=75\ 517.3$ MPa。

拟合循环应力—应变曲线见图 5。从图中可以看出,除了应力幅度较大的一个点与拟合曲线距离较大之外,试验测得的各点都在拟合曲线两侧均匀分布,拟合效果较好。

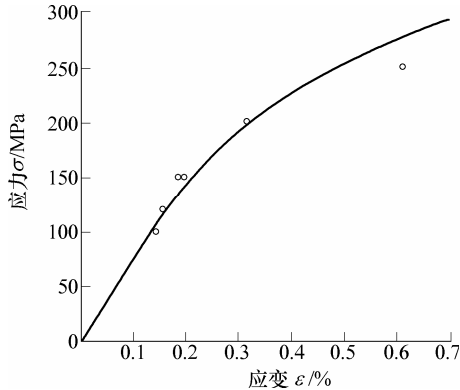


图 5 电镀铜薄膜试样循环应力—应变曲线

2.3 应变幅度—寿命曲线的确定

应变—寿命曲线是表示构件循环失效寿命与应变幅值之间关系的曲线,其数学表达式即曼森—科芬方程式为

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\Delta \varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta \varepsilon_p}{2} = \frac{\sigma'_f}{E'}(2N_f)^b + \varepsilon'_f(2N_f)^c \quad (8)$$

根据表 2 的数据同样可以拟合得到曼森—科芬方程式的疲劳参数 σ'_f 、 ε'_f 、 b 、 c ,分别为 $\sigma'_f=283.4$ MPa, $b=-0.1370$, $\varepsilon'_f=0.00825$, $c=-0.4706$ 。

拟合后的表达式为

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{283.4}{75\ 517.3}(2N_f)^{-0.1370} + 0.00825(2N_f)^{-0.4706} \quad (9)$$

图 6 为电镀铜薄膜的应变幅度—寿命曲线。由图可以看出,电镀铜薄膜的塑性应变幅度相对弹性应变幅度较小,弹性应变幅度—寿命曲线非常接近应变幅度—寿命曲线,转变寿命 N_t 值很小。由于本文所测得的电镀铜薄膜的弹性模量比宏观块体弹性模量低,弹性线比较平直,导致过渡寿命点大大前移,也说明所测得的电镀铜薄膜塑性应变控制疲劳成分减小(与一般宏观材料相比)。

2.4 局部应力—应变法预测缺口件疲劳寿命

本文在理论上通过联立诺伯公式和循环应力—应变关系,求得缺口件局部应变,再根据修正

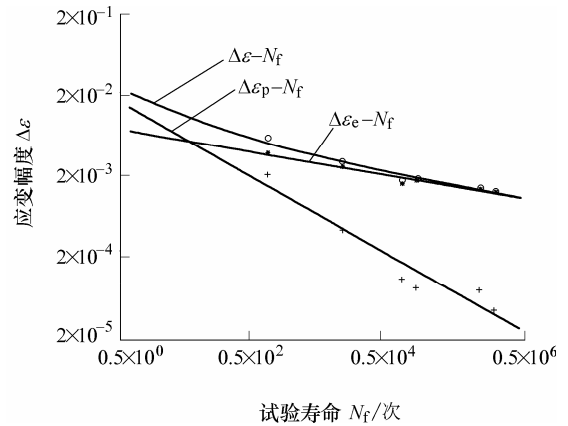


图 6 电镀铜薄膜应变—寿命曲线

的应变—寿命关系来预测缺口件的疲劳寿命,并与试验得到的疲劳寿命进行比较。

确定局部应力—应变的方法有多种,工程上可采用简单的近似办法——诺伯修正公式来计算局部的应力—应变。诺伯修正公式的表达式为

$$\Delta \sigma \Delta \varepsilon = \frac{K_\sigma^2 \Delta S^2}{E'} \quad (10)$$

式中 ΔS 为名义应力幅度,在本文中,名义应力幅度 ΔS 等于最大名义应力 σ_{max} 。 K_σ 为有效应力集中系数,定义为光滑试样与缺口试样的疲劳极限之比,本文将 10^7 作为无限疲劳寿命,由拟合的光滑件与缺口件应力寿命表达式(式(3)、(4))可知,光滑试样与缺口试样的疲劳极限之比 $K_\sigma=1.9$ 。

考虑缺口局部平均应力 σ_m 影响的应变—寿命关系为

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\sigma'_f - \sigma_m}{E'}(2N_f)^b + \varepsilon'_f(2N_f)^c \quad (11)$$

联立式(5)循环应力—应变曲线方程与式(10)诺伯修正公式可求得缺口局部应变值,求解得到对应于每个名义应力幅度的缺口局部应变幅度如表 3。

表 3 缺口局部应变幅度

试样号	名义应力幅度 ΔS /MPa	缺口局部应变 幅度 $\Delta \varepsilon$
M01	75	0.0019
M02	69	0.0018
M03	69	0.0018
M04	62	0.0016
M05	62	0.0016
M06	56	0.0014
M07	50	0.0013

将局部应变代入式(11)即可得到预测的缺口件寿命。试验得到缺口件的疲劳数据和预测的寿命见表 4,加载的应力水平分别为 75 MPa、69 MPa、62 MPa、56 MPa、50 MPa。

表 4 缺口件的试验寿命和计算寿命 次

试样号	试验寿命 N_f	计算寿命 N_c
M01	1 450	3 981
M02	2 704	6 057
M03	3 232	6 057
M04	17 316	14 062
M05	7 938	14 062
M06	67 385	36 903
M07	219 290	69 006

图 7 为预测的缺口件寿命与试验寿命的比较。由图 7 可看出, 预测寿命能较好地符合试验寿命, 误差在 3.2 倍因子范围内。与宏观机械不同的是, 微机械疲劳试验的装卡与对准对试件的寿命有很大影响, 这在许多研究微机械的文献中都有提到, 试件中存在的微小缺陷对试验结果的影响要远大于宏观机械。

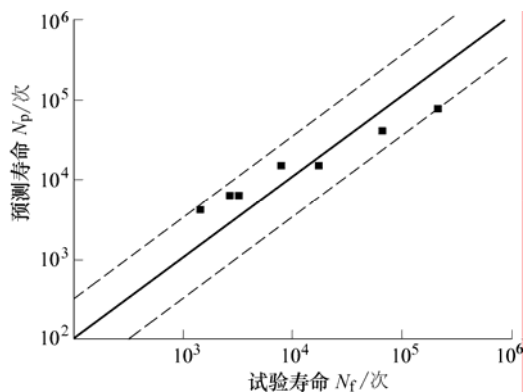


图 7 缺口件疲劳寿命预测与试验结果比较

3 结论

(1) 测试了电镀铜薄膜光滑试件和缺口试件拉伸疲劳的 S-N 曲线以及确定了电镀铜薄膜应变—寿命曲线。

(2) 确定微试件疲劳循环应力—应变曲线时, 取寿命 50% 左右处的稳定迟滞回线仍然具有代表性。

(3) 通过联立诺伯公式和循环应力—应变关

系, 求得缺口件局部应变, 再根据修正的应变—寿命方程来预测缺口件的疲劳寿命, 预测寿命能较好地符合试验寿命, 误差在 3.2 倍因子范围内。试验表明, 传统宏观机械疲劳的研究方法在一定程度上也适用于研究微机械。

参 考 文 献

- [1] SENTURIA S D. Microsystem design [M]. Beijing: Publishing House of Electronics Industry, 2004.
- [2] ZHANG Guangping, WANG Zhongguang. Progress in fatigue of small dimensional materials[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2005, 41(1): 1-8.
- [3] HONG Sanki, WEIL Rolf. Low cycle fatigue of thin copper foils[J]. Thin Solid Films, 1996, 283: 175-181.
- [4] KLEIN M, HADRBOLETZ A, WEISS B, et al. The 'size effect' on the stress-strain, fatigue and fracture properties of thin metallic foils[J]. Materials Science and Engineering, 2001, A319-321: 924-928.
- [5] ZHANG Bin, SUN Kaihong, GONG Jun, et al. Tensile properties of 100 nm thick Cu films[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2006, 20(1): 29-32.
- [6] MAIRE H J, GABOR P, GUPTA N, et al. Cyclic stress-strain response of ultrafine grained copper[J]. International Journal of Fatigue, 2006, 28: 243-250.
- [7] READ D T. Tension-tension fatigue of copper thin films[J]. International Journal of Fatigue, 1998, 20: 203-209.
- [8] KELLER R R, PHELPS J M, READ D T, et al. Tensile and fracture behavior of free-standing copper films[J]. Materials Science and Engineering, 1996, A214: 42-52.
- [9] MERCHANT HD, MINOR M G, LIU Y L. Mechanical fatigue of thin copper foil[J]. Journal of Electronic Materials, 1999, 28(9): 998-1 007.

作者简介: 刘豪, 男, 1982 年出生。主要研究方向为微机械疲劳强度。
E-mail: liuhao199_2000@sohu.com