

УДК 621.3.049.76

## РАЗРАБОТКА МИНИАТЮРНОГО НАНОИНДЕНТОРА С РАЗРЕШЕНИЕМ 1 нН\*

С. Гао, Дж. Ли, К. Герман

*Physikalisch-Technische Bundesanstalt,  
Bundesallee 100, 38116 Braunschweig, Germany  
E-mail: Sai.Gao@ptb.de*

Исследования твёрдости материалов на основе наноинденторного метода (метода вдавливания) требуют разработки более точных и чувствительных приборов. Предложен миниатюрный наноиндентор на основе микроэлектромеханических систем (MEMS-технологий), который имеет высокую разрешающую способность (до 1 нН) и большой динамический диапазон (до 1 мН). Детально представлена разработка MEMS-системы, включая численное моделирование механической системы, и её характеристики. Результаты предварительных экспериментов подтверждают возможность реализации такого миниатюрного индентора.

*Ключевые слова:* микро- и нанотестирование материалов, наноиндентация, микроэлектромеханическая система (MEMS), электростатический гребенчатый привод, измерение наносилы, датчик наносилы.

**Введение.** Для определения механических свойств материалов малого объёма применяют методы, основанные на микро- и нанорастяжении [1, 2], микроизгибе [3], наноиндентации (определение твёрдости материала с наноразрешением путём его вдавливания) [4–6]. Последний метод вызывает возрастающий интерес [7] благодаря простому принципу функционирования тестирующих систем, которые могут быть легко реализованы при исследовании разных видов материалов.

С учётом современных требований в микроэлектронике, автомобилестроении, биомедицине для определения механических свойств тонких плёнок (покрытий) к настоящему времени разработано несколько коммерческих типов наноинденторов. Они в целом имеют высокую разрешающую способность при создании инденторной силы (силы углубления) и измерении инденторной глубины, что особенно важно для исследований образцов из твёрдого материала. Однако такие системы имеют ряд недостатков: высокую стоимость, сложности применения непосредственно на рабочих местах, а также при тестировании изделий большого размера, которые серьёзно ограничивают потенциально широкие возможности применения существующих наноинденторов.

Кроме того, можно отметить, что почти все используемые наноинденторы работают в режиме открытой обратной связи, когда сила, создающая углубление, не учитывает силы реакции образца. Во многих случаях традиционные наноинденторы не могут точно измерить механические свойства материалов (ползучесть, пластичность), так как инденторная глубина изменяется настолько быстро, что не удаётся сохранить постоянство инденторной силы. На практике всё чаще возникает необходимость исследования механических свойств таких «мягких» материалов, как различные биологические образцы и органические материалы [8], но указанные недостатки становятся настолько существенными, что исключают применение известных наноинденторов для тестирования твёрдости материалов.

\*Работа выполнена при поддержке проекта DFG OH 2235/5-1.

Для решения указанных проблем в настоящее время активно ведутся исследования, направленные на дальнейшее развитие наноинденторного метода. В данной работе представлено новое поколение наноинденторов, основанных на применении стандартных MEMS-технологий. Ключевым элементом разработанной системы является электростатический гребенчатый актюатор [9], который способен с высоким разрешением создавать необходимую инденторную силу.

**1. Принцип работы наноиндентора на основе MEMS-технологий.** Как отмечено выше, одним из главных недостатков существующих наноинденторов является трудность поддержания постоянства инденторной силы в процессе создания углубления, особенно в случаях, когда исследуемые материалы имеют относительно низкую упругость. Наноинденторная процедура может быть описана основным балансовым уравнением для динамической силы:

$$m\ddot{z} + c\dot{z} + kz = F_{\text{act}} - F_{\text{ind}}, \quad (1)$$

где  $m$  — масса наноиндентора;  $z$  — инденторная глубина;  $F_{\text{ind}}$  — сила взаимодействия наноиндентора с исследуемым материалом;  $k$  — жёсткость эквивалентной пружины инденторной системы;  $F_{\text{act}}$  — номинальная сила, создаваемая силовым актюатором. Для квазистатического инденторного тестирования из (1) получаем

$$F_{\text{act}} = kz + F_{\text{ind}}. \quad (2)$$

Из уравнений (1) и (2) очевидно, что, во-первых, идеальный силовой актюатор для инденторного тестирования должен создавать силу, нечувствительную к изменению инденторной глубины, а также силу реакции в системе «наконечник—покрытие—подложка» и, во-вторых, жёсткость эквивалентной пружины актюатора должна быть как можно меньше.

В результате анализа известных механизмов макро- и микроактюаторов [10] в качестве привода для разрабатываемого наноиндентора был выбран боковой электростатический гребенчатый актюатор [9], который является базовым элементом устройства. Как известно, такой электростатический привод (рис. 1) состоит из трёх чередующихся штыревых направляющих (фингеров), из которых две нижние — фиксированные, а верхняя — подвижная. В случае, когда ёмкость «штырь—подложка»  $C_p$  много меньше ёмкости

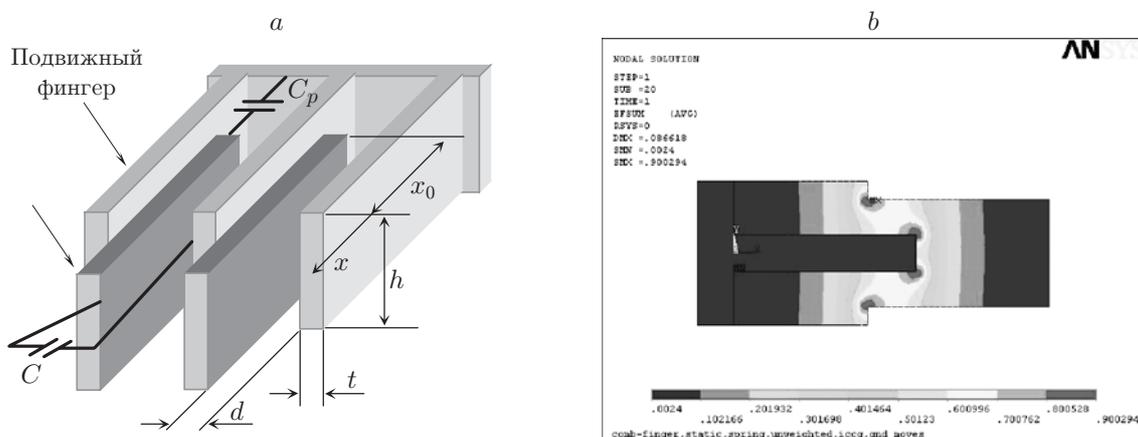


Рис. 1. Принцип работы гребенчатого привода для разработанного наноиндентора: *a* — базовая конфигурация гребенчатого привода, *b* — расчётное распределение электрического поля внутри гребенчатых фингеров

«штырь—штырь»  $C$ , электростатическая сила, создаваемая каждой гребенчатой парой, пропорциональна квадрату напряжения [9], т. е.

$$f_{\text{elect}} = \varepsilon_0 \frac{h}{d} V^2, \quad (3)$$

где  $\varepsilon_0$  — диэлектрическая проницаемость вакуума;  $h$  — высота фингеров;  $d$  — боковой зазор между подвижным и неподвижным фингерами.

Выполненные численные расчёты на основе метода конечных элементов (см. рис. 1), а также результаты экспериментальных исследований доказали эффективность уравнения (3).

Если предположить, что жёсткость пружины системы «актюатор—наноиндентор» относительно низкая, то фактическая сила между индентором и тестируемым образцом не зависит от динамической процедуры инденторного тестирования даже в случае, когда прибор работает в режиме без обратной связи. В результате индентор с актюатором в виде бокового гребенчатого привода могут легко реализовать «истинную» (требуемую) инденторную процедуру с контролируемой силой без необходимости учёта при измерениях фактических (механических) свойств материала.

**2. Создание опытного образца.** В настоящее время существует множество технологий микромеханической обработки, начиная от обработки поверхности изделия до обработки заготовок [11–13], которые могут быть положены в основу создания электростатических актюаторов с гребенчатым приводом. Для создания актюаторов с достаточной электростатической силой согласно уравнению (3) необходимо использовать такую технологию, которая позволила бы производить микроструктуры с высоким значением отношения  $h/d$ . Более того, поскольку MEMS-актюатор как миниатюрный наноиндентор при тестировании непосредственно воздействует на материал, то его конструкция должна быть максимально жёсткой.

С учётом этого предварительного анализа для изготовления MEMS-актюатора миниатюрного наноиндентора использовалась технология глубокого реактивного ионного травления (DRIE) кремния [14], обладающего хорошими механическими свойствами [15].

С помощью метода конечных элементов нами исследованы не только электрические характеристики MEMS-наноиндентора, но и его механические свойства. Основная конфигурация прибора показана на рис. 2. Он состоит из трёх частей: пружин для подвешивания, боковых гребенчатых приводов и держателя индентора.

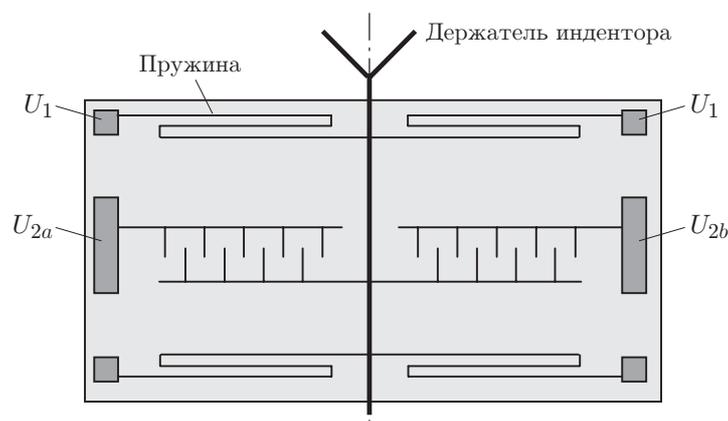


Рис. 2. Схематическая диаграмма наноиндентора на основе MEMS-технологий

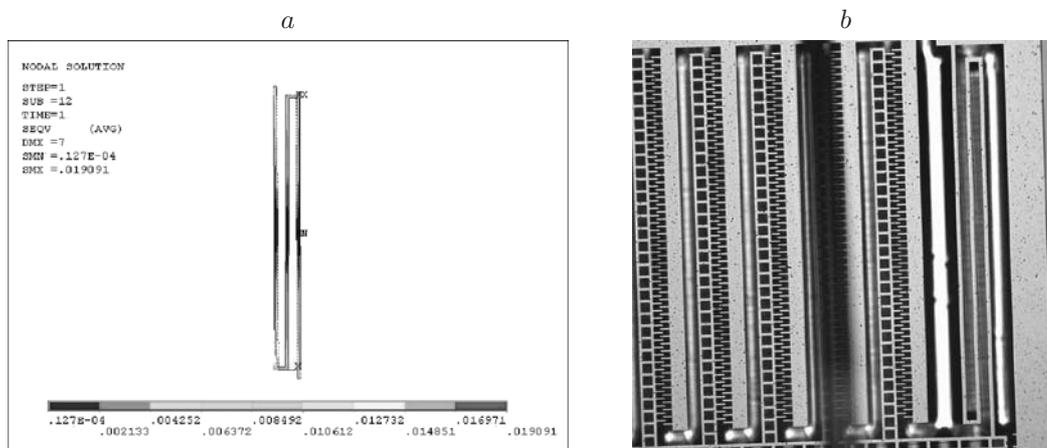


Рис. 3. Система подвески MEMS-наноиндентора: *a* — определение жёсткости подвески для MEMS-системы с использованием метода конечных элементов, *b* — иллюстрация складных пружин

2.1. *Пружины для подвешивания пластин.* Как следует из уравнения (2), жёсткость пружины MEMS-наноиндентора играет важную роль при определении механических свойств материалов с малой прочностью. В нашей системе в качестве подвески использовались складные поперечины (балки), что позволило достичь суммарной жёсткости 12,4 нН/нм (рис. 3).

2.2. *Максимальная тестирующая сила.* Так как миниатюрный наноиндентор создан главным образом для исследования относительно мягких материалов, то максимальная сила актюатора согласно оценкам может достигать 1 мН. Как указано в разд. 1, эта сила пропорциональна квадрату напряжения, прикладываемого к MEMS:  $V^2 = (U_2 - U_1)^2$ . При разработке высоковольтных систем привода для MEMS-чипа максимальное напряжение привода  $V_{\max} = 65$  В.

При использовании стандартного процесса изготовления MEMS-структуры на основе технологии глубокого реактивного ионного травления (B-DRIE) [16] толщина микроструктур  $h$  составляет 50 мкм, величина зазоров между штырями  $d = 3$  мкм, а максималь-

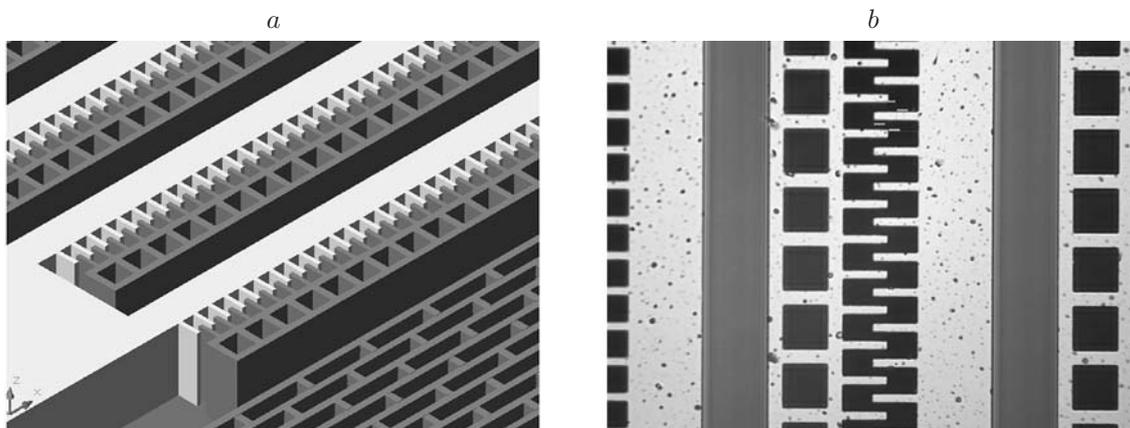


Рис. 4. Детальная иллюстрация гребенчатого привода внутри MEMS-индентора: *a* — трёхмерное моделирование фрагмента MEMS-наноиндентора, *b* — верхние структуры внутри MEMS-актюатора

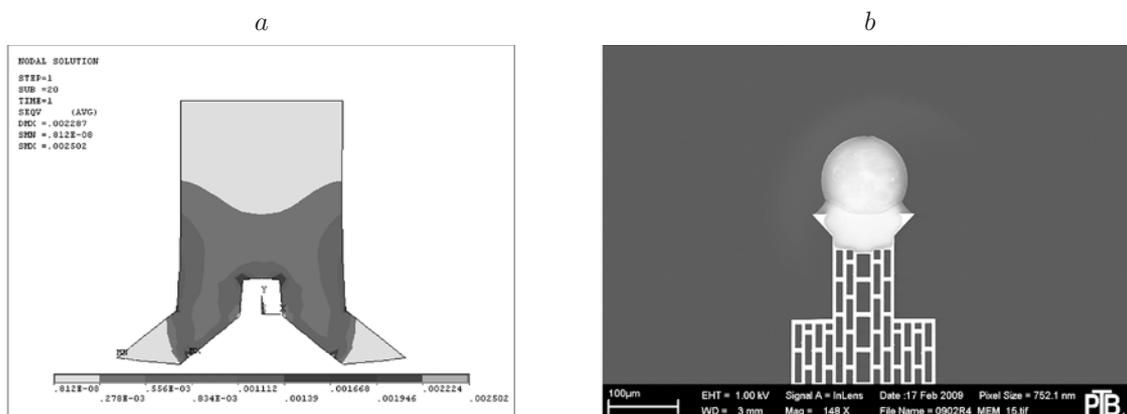


Рис. 5. Держатель индентора для MEMS-актюатора: *a* — исследование максимальной деформации держателя индентора при максимальной тестирующей силе (1 мН) с использованием для расчёта метода конечных элементов, *b* — сферический индентор (рубиновый шарик радиусом 50 мкм)

ная электростатическая тестирующая сила  $F_{\max}$  MEMS-индентора, содержащего 2000 пар фингеров (рис. 4, *a, b*), может достигать

$$F_{\max} = 2000 \varepsilon_0 \frac{50}{3} \cdot 65^2 = 0,93 \text{ мН}. \quad (4)$$

**2.3. Держатель индентора.** При использовании стандартной технологии изготовления MEMS-структур достаточно сложной представляется задача формирования наконечника наноиндентора идеальной формы (например, типа Роквелла или Берковича) особенно в случае, когда наконечник необходимо создать на боковой стенке кремниевой структуры.

Для усиления гибкости MEMS-индентора планируется разместить внешние инденторы (особенно шарообразные) на основном стволе MEMS-чипа (рис. 5). С помощью метода конечных элементов нами исследовалась численно прочность держателя индентора. Показано, что максимальная деформация держателя при максимальной инденторной силе (1 мН) не должна превышать 2,5 нм. Держатель индентора может быть выполнен в форме сферы диаметром до 200 мкм. В качестве примера на рис. 5 показан MEMS-актюатор в сборке с рубиновым шариком диаметром 50 мкм.

**3. Предварительные экспериментальные результаты.** Общий вид миниатюрного наноиндентора представлен на рис. 6. Перед началом экспериментального исследования характеристик опытный образец наноиндентора был тщательно откалиброван. В

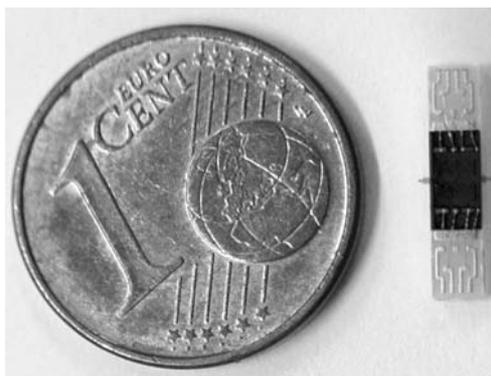


Рис. 6. Масштаб MEMS-наноиндентора на печатной плате

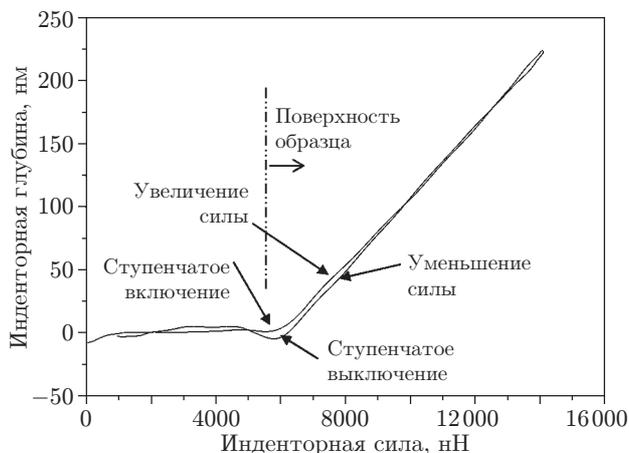


Рис. 7. Предварительный инденторный тест на образце РММА

результате испытаний образца [17] установлено, что он имеет хорошую линейность в пределах всего измерительного диапазона (до 1 мкм), хороший динамический отклик (резонансная частота до 2 кГц) и адекватное разрешение глубины ( $\sim 0,2$  нм), что находится в соответствии с разрешением силы 2,5 нН (в режиме обратной связи).

Для подтверждения реальных характеристик созданного MEMS-индентора он использовался для тестирования образцов (путём вдавливания) полиметилметакрилата (РММА). Результаты приведены на рис. 7. Видно, что MEMS-индентор позволяет чётко обнаружить взаимодействие «наконечник—поверхность», включая «скачки» при включении и выключении прибора.

**Заключение.** В данной работе представлен миниатюрный наноиндентор на основе MEMS-актюатора, который с помощью бокового электростатического гребенчатого микродвигателя позволяет создавать требуемую тестирующую силу с высокой разрешающей способностью (вплоть до 1 нН) в относительно большом динамическом диапазоне изменения силы (вплоть до 1 мН). Предполагается, что при последующей сборке это устройство будет смонтировано во внешний индентор.

Подобно другим устройствам (системам) MEMS созданная миниатюрная система имеет такие преимущества, как малые размеры, низкое потребление энергии, высокая точность изготовления, потенциально низкая стоимость приборов при их мелкосерийном производстве, а также возможность применения непосредственно в месте тестирования объекта. Исходя из экспериментальных данных [18], в настоящее время ведутся работы по развитию предложенной методики, включая алгоритм интерпретации данных для определения твёрдости, модуля упругости и даже параметров растяжения.

Авторы выражают благодарность Г. Вольфу за установку рубиновой сферы на MEMS-инденторе.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Li X., Yang Y., Wei C. In situ and real-time tensile testing of thin films using double-field-of-view electronic speckle pattern interferometry // Meas. Sci. Technol. 2004. **15**, N 1. P. 75–83.
2. Chu J., Zhang D. Mechanical characterization of thermal SiO<sub>2</sub> micro-beams through tensile testing // Journ. Micromech. Microeng. 2009. **19**, N 9. 095020.
3. Motz C., Weygand D., Senger J., Gumbsch P. Micro-bending tests: A comparison between three-dimensional discrete dislocation dynamics simulations and experiments // Acta Mater. 2008. **56**, N 9. P. 1942–1955.

4. **Doerner M. F., Nix W. D.** A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments // Journ. Mater. Res. 1986. **1**, N 4. P. 601–609.
5. **Oliver W. C., Pharr G. M.** An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journ. Mater. Res. Soc. 1992. **7**, N 6. P. 1564–1583.
6. **ISO 14577-1.** Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Pt. 1: Test method. 2002. URL: <http://www.iso.org>
7. **Oliver W. C., Pharr G. M.** Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // Journ. Mater. Res. Soc. 2004. **19**, N 1. P. 3–20.
8. **Ebenstein D. M., Pruitt L. A.** Nanoindentation of biological materials // Nano Today. 2006. **1**, N 3. P. 26–33.
9. **Tang W. C., Nguyen C. H., Howe R. T.** Laterally driven polysilicon resonant microstructures // Sensor and Actuators A. 1989. **20**. P. 25–32.
10. **Bell D. J., Lu T. J., Fleck N. A., Spearing S. M.** MEMS actuators and sensors: observations on their performance and selection for purpose // Journ. Micromech. Microeng. 2005. **15**, N 7. P. 153–164.
11. **Symsa R. R. A., Hardcastle B. M., Lawes R. A.** Bulk micromachined silicon comb-drive electrostatic actuators with diode isolation // Sensors and Actuators A. 1997. **63**, N 1. P. 61–67.
12. **Kim S.-H., Lee S.-H., Kim Y.-K.** A high-aspect-ratio comb actuator using UV-LIGA surface micromachining and (110) silicon bulk micromachining // Journ. Micromech. Microeng. 2002. **12**, N 2. P. 128–135.
13. **Reuter D., Bertz A., Billep D. et al.** In-process gap reduction of capacitive transducers // Sensors and Actuators A. 2006. **126**, N 1. P. 211–217.
14. **Li J., Zhang Q.-X., Anand K., Liu A.-Q.** MEMS deep-RIE fabrication process and device characterization // Proc. SPIE. 2003. **5145**. P. 80–86.
15. **Srikar V. T., Spearing S. M.** Materials selection for microfabricated electrostatic actuators // Sensors and Actuators A. 2003. **102**, N 3. P. 279–285.
16. **Hiller K., Kuechler M., Billep D. et al.** Bonding and deep RIE — a powerful combination for high aspect ratio sensors and actuators // Proc. SPIE. 2005. **5715**. P. 80–91.
17. **Gao S., Herrmann K.** A microelectromechanical force actuator for nano-tensile testing system // Proc. SPIE. 2008. **6993**. 69930H.
18. **Bouzakis K. D., Michailidis N.** Coating elastic-plastic properties determined by means of nanoindentations and FEM-supported evaluation algorithms // Thin Solid Films. 2004. **469–470**. P. 227–232.

*Поступила в редакцию 27 февраля 2010 г.*

---