

基于 DOE 策略的多层薄膜残余应力对 太赫兹微桥形变的影响

郑 兴, 刘子骥*, 顾德恩, 苟 君, 马家锋, 黎威志, 吴志明
(电子科技大学 电子薄膜与集成器件国家重点实验室, 四川 成都 610054)

摘要: 桥面多层膜系残余应力匹配是消除太赫兹微测辐射热计微桥结构形变的重要手段. 仿真建立了像元尺寸为 $35\ \mu\text{m} \times 35\ \mu\text{m}$ 微桥单元有限元模型. 基于实验设计(DOE)正交法, 采用 IntelliSuite 软件进行应力仿真, 获得支撑层、钝化层、电极层、热敏层、吸收层应力分别为 +200 Mpa、+200 Mpa、+200 Mpa、0 Mpa、-400 Mpa 的最佳应力组合, 最小微桥单元形变 ($0.0385\ \mu\text{m}$). 通过各膜层残余应力控制, 制备出基于该优化微桥单元结构的 320×240 太赫兹焦平面阵列, 获得与仿真结果相符的极小形变微桥.

关键词: 太赫兹微测热辐射计; 力学仿真; 残余应力; 正交实验设计
中图分类号: O441, O451 **文献标识码:** A

Orthogonal design of multilayer thin film residual stress impact on the THz micro bridge deformation

ZHENG Xing, LIU Zi-Ji*, GU De-En, GOU Jun, MA Jia-Feng, LI Wei-Zhi, WU Zhi-Ming
(State Key Laboratory of Electronic Thin Films and Integrated Devices,
University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054, China)

Abstract: Residual stress matching is critical for elimination of deformation for terahertz (THz) microbolometer with micro-bridge structure. Finite element simulation model of micro-bridge was built with a pixel size of $35\ \mu\text{m} \times 35\ \mu\text{m}$. Intellisuite was used for mechanics simulation based on orthogonal experimental design. A minimum deformation of $0.0385\ \mu\text{m}$ was obtained with an optimized stress combination when the residual stresses of support layer, passivation layer, electrode layer, sensitive layer and absorption layer were +200 MPa, +200 MPa, +200 MPa, 0 MPa and -400 MPa, respectively. 320×240 THz focal plane array was fabricated with the optimized stress combination. A minimal deformation was achieved, which agreed well with the simulation.

Key words: THz microbolometer, mechanical simulation, residual stress, orthogonal design of experiment

PACS: 87.50.U-

引言

由于太赫兹波具有瞬态性、宽带性、低能性、穿透性等独特优势,使得太赫兹技术在安全检查、环境

检测、医学诊断、考古及文物鉴定等领域有着巨大的应用价值^[1-4]. 基于微桥单元结构的微测辐射热计型太赫兹探测器,因其体积小、功耗低、重量轻、无需扫描元件、能够室温工作等优点,近年来备受关注^[5].

收稿日期:2015-08-14,修回日期:2015-09-24

Received date: 2015-08-14, revised date: 2015-09-24

基金项目:国家自然科学基金创新研究群体科学基金(61421002);国家自然科学基金(61235006、61501092);中央高校基本科研业务费项目(ZYGX2015KYQD016)

Foundation items: Supported by Science Fund for Creative Research Groups of the National Natural Science Foundation of China (61421002); National Natural Science Foundation of China (61235006、61501092); The Fundamental Research Funds for the Central Universities (ZYGX2015KYQD016)

作者简介(Biography): 郑 兴(1985-),男,云南昆明人,博士,主要从事于太赫兹探测器、非制冷红外焦平面探测器的研究. E-mail: bbzbx@163.com

* 通讯作者(Corresponding author): E-mail: zjliu@uestc.edu.cn

微桥单元主要由如图 1(a) 所示的 Al 反射层、桥墩、桥腿和桥面膜系构成。其中,桥面多层膜系包括支撑层、热敏层、钝化层、吸收层、金属电极等多层薄膜。桥面多层薄膜间的应力不匹配会使桥面产生翘曲、褶皱,导致微桥单元形变严重,这将极大影响多层薄膜的光学和热学性能,进而影响太赫兹探测器灵敏度和可靠性^[6]。因此,设计微桥单元形变最小的多层复合膜系,已成为制作高性能的太赫兹探测器不容忽视的问题。

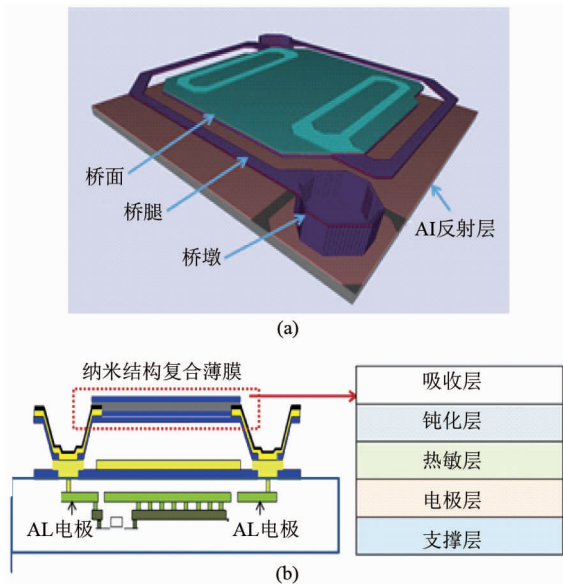


图 1 太赫兹微桥单元的 (a) 仿真模型与 (b) 单元结构图
Fig. 1 (a) Simulation model and (b) diagram of THz micro-bridge unit

到目前为止,更多的研究是从如何通过各种工艺调节薄膜的应力出发,IK LIN^[7]等研究了 SiNx/Al 双层薄膜在退火前后微悬臂梁变化,提出退火能消除薄膜内的残余应力,减小微结构形变。HJ Wang^[8]等研究了退火次数与温度对多层薄膜应力的影响,提出了多次退火能够获得较小薄膜应力,减小薄膜形变。K Cao^[9]等研究了通过曲率补偿消除多层薄膜形变的方法,但“整平窗口”较小。在太赫兹器件中,为保证微桥单元的热学、光学性能,对各功能薄膜层的厚度有特定要求,难以通过改变厚度进行曲率补偿的方法控制多层薄膜的形变,因此多层膜系间的残余应力匹配设计,成为消除微桥单元形变的重要手段。本文提出了基于实验设计(DOE)正交法的多层膜系残余应力匹配设计策略,以实现低形变的太赫兹微桥单元设计。基于该设计,借助于 MEMS 工艺,实现了桥面平整、均匀性好的大规模太赫兹微

桥单元阵列。

1 仿真与分析

为结合工艺条件,本文采用像元尺寸为 $35\ \mu\text{m} \times 35\ \mu\text{m}$ 单元建模,所建单元模型如图 1(a) 所示,为具有“L”型桥腿支撑起的悬空结构。桥墩、桥腿和桥面构成的微桥单元制作在带有读出电路的晶圆表面,微桥之下为太赫兹金属 Al 反射层。桥面的纳米复合多层薄膜的组成如图 1(b) 所示。其中,热敏薄膜采用具有高电阻温度系数、低本征噪声的氧化钒 (VO_x) 热敏薄膜^[10],支撑层和钝化层都采用氮化硅 (Si_3N_4) 薄膜,金属吸收层和金属电极层为 NiCr ($\text{Ni}80\% \text{ Cr}20\%$) 薄膜,所设定多层膜厚度组合及材料参数如表 1 所示。

表 1 太赫兹微测辐射热计材料参数与厚度
Table 1 The parameters and thickness of THz microbolometer material

膜层	材料	杨氏模量(GPa)	泊松比	密度(g/cm^3)	厚度(nm)
吸收层	NiCr	200	0.26	8.9	10
电极层	NiCr	200	0.26	8.9	20
支撑层	Si_3N_4	300	0.312	2.4	250
钝化层	Si_3N_4	300	0.312	2.4	100
热敏层	VO_x	80	0.25	3.36	70

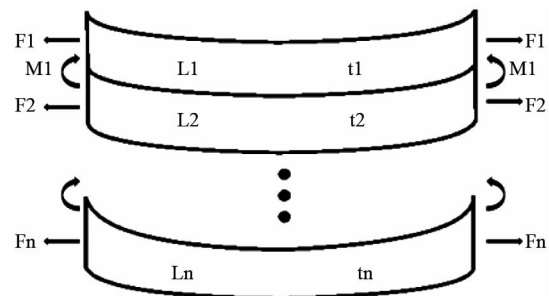


图 2 多层薄膜形变模型^[9]

Fig. 2 Schematic of a multilayer thin film deformation^[9]

建模过程使用如图 2 所示的多层薄膜应力等效法^[9],即通过轴向力 $F_i (i=1 \cdots, n)$ 以及弯矩 $M_i (i=1 \cdots, n)$ 来描述多层薄膜形变情况。当达到平衡,轴向力总和以及弯矩总和为 0。

$$\sum_i^n F_i = 0 \quad , \quad (1)$$

$$\sum_i^n M_i = \sum_i^n F_i \left(\sum_j^{i-1} t_j + \frac{t_i}{2} \right) \quad , \quad (2)$$

式中: t_i 为第 i 层薄膜厚度。

每层薄膜的形变,包括应力产生的形变、弯曲产生的形变以及相邻薄膜综合力产生的形变三部分,

在相邻薄膜界面处,形变是相等的,因此我们可得到式(3)所示的薄膜相互间的应变公式:

$$\frac{\sigma_1}{E_i} + \frac{F_i}{t_i E_i} + \frac{t_i}{2\rho} = \frac{\sigma_{i+1}}{E_{i+1}} + \frac{F_{i+1}}{t_{i+1} E_{i+1}} + \frac{t_{i+1}}{2\rho}, \quad (3)$$

其中, σ_i 是第 i 层薄膜的应力, E_i 是杨氏模量, ρ 是曲率半径.

式(1)、(2)和(3)给出了多层薄膜形变方程. 多层薄膜曲率半径与每层薄膜杨氏模量、内应力以及厚度有关. 利用 IntelliSuite 软件,采用有限元分析方法,将表 1 所示的材料力学参数加载入仿真模型,改变材料内应力,来得到力学性能较佳时候的条件.

如表 2 所示,以 200 Mpa 为步长改变每层薄膜应力来确定影响微桥变形的主要薄膜层以及寻找最佳薄膜应力组合使微桥形变最小. 根据表 2 设置,能得到 $5^5 = 3\ 125$ 种组合条件. 这里通过 DOE^[11] 策略来优化仿真条件,利用正交表安排均衡分散试验,从而通过较少的试验次数,找到最优方案.

仿真试验为 5 因素 5 水平问题,选用正交表 $L_{25}(5)^5$ 来安排试验得出如表 3 所示的仿真方案表,表中水平 1 表示应力值为 -400 Mpa、2 表示应力值为 -200 Mpa、3 表示应力值为 0 Mpa、4 表示应力值为 200 Mpa、5 表示应力值为 400 Mpa; A 表示支撑层、B 表示电极层、C 表示钝化层、D 表示吸收层、E 表示热敏层.

表 2 各薄膜层应力仿真设置

Table 2 The arrangement of each thin film residual stress

参数	最小值	最大值	步长
支撑层 Si_3N_4 (Mpa)	-400	+400	200
电极层 NiCr (Mpa)	-400	+400	200
钝化层 Si_3N_4 (Mpa)	-400	+400	200
吸收层 NiCr (Mpa)	-400	+400	200
热敏层 VO_x (Mpa)	-400	+400	200

对表 3 中太赫兹微桥模型进行 25 组仿真,可得到 25 组相对应的微桥形变结果,如图 3 所示. 通过正交分析确定 25 组仿真实验每因素每水平的均值和极差,均值和极差分别由式(4)、(5)获得.

$$\bar{K}_{ij} = K_{ij}/N, \quad (4)$$

表 3 仿真正交矩阵

Table 3 Simulation orthogonal array

试验方案	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
A	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	3	3	3	3	3	4	4	4	4	4	5	5	5	5	5
B	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	2	1	2	3	4	5
C	1	2	3	4	4	2	3	4	5	1	3	4	5	1	2	4	4	1	2	5	4	1	2	3	4
D	1	2	3	4	4	3	4	5	1	2	5	1	2	3	4	2	3	4	5	3	3	4	1	2	3
E	1	2	3	4	4	4	5	1	2	3	2	3	4	5	1	4	1	2	3	1	2	3	4	1	2

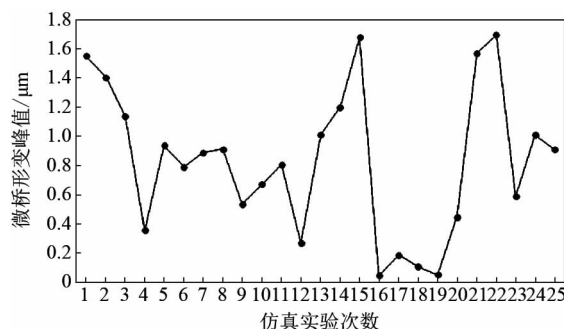


图 3 25 组太赫兹微桥形变仿真结果

Fig.3 The simulation results of 25 groups of THz micro-bridge deformation

其中, \bar{K}_{ij} 为第 j 因素 i 水平的微桥形变均值, K_{ij} 为第 j 因素水平号为 i 的各微桥形变之和, N 为因素数.

$$R_j = \max(\bar{K}_{ij}) - \min(\bar{K}_{ij}), \quad (5)$$

其中, R_j 为 j 因素的微桥形变极差, $\max[\bar{K}_{ij}]$ 为第 j 因素里最高水平微桥形变均值, $\min[\bar{K}_{ij}]$ 为第 j 因素里最低水平微桥形变均值.

由式(4)得到如图 4 所示的 25 组仿真实验支撑层、电极层、钝化层、热敏层、吸收层每水平的微桥形变均值. 按微桥形变越小越好的要求,需每因素均值越小,当支撑层、电极层、钝化层、吸收层、热敏层应力分别为 200 Mpa、200 Mpa、200 Mpa、-400 Mpa、0 Mpa 时,其对应均值最小,即微桥形变峰值最小. 通过 IntelliSuite 软件对上述边界条件再次进行仿真,得到最小微桥形变峰值为 0.0386 μm ,如图 5(a) 所示. 当支撑层、电极层、钝化层、吸收层、热敏层应力分别为 400 Mpa、-400 Mpa、-400 Mpa、200 Mpa、-400 Mpa 时,其对应均值最大,即微桥形变峰值最大,仿真可得微桥峰值最大形变为 1.945 μm ,如图 5(b) 所示.

比较微桥形变峰值最小与微桥峰值形变最大可见,形变主要发生在桥面边沿和桥面与桥腿的连接区域. 形变沿桥腿向桥墩逐渐变小,桥墩和与桥墩连接的区域几乎没有形变,这是因为它们受衬底的约束作用稳定性很高. 而整个桥面和桥面与桥腿的连

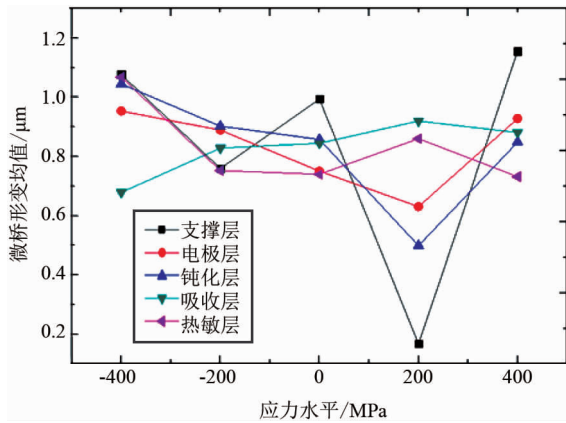


图 4 多层薄膜每水平微桥形变均值分布
Fig. 4 The mean distribution of multilayer thin film each level micro-bridge deformation

接区域处于悬空状态,因此形变较大.桥面里,中心的形变最小,中心向四周形变越来越大,这是因为在多层膜结构中薄膜平面的端部形变最大^[12].形变最大的区域集中在桥腿第一拐角处和桥面的两个对角处,可见,大形变发生在角落区域,因为角落区域受到的剪切力最大.

由式(5)得到图 6 所示的支撑层、电极层、钝化层、吸收层、热敏层的微桥形变极差.极差越大表示对微桥形变的影响越大,从图 6 中可得支撑层应力变化对微桥形变贡献最大,这是因为氮化硅面积最大,且由表 1 知,其泊松比、杨氏模量较大,它的应力情况对整体结构的应力影响最大.在实际制备工艺中,我们需对支撑层 Si₃N₄ 薄膜应力重点控制.

2 结果验证

2.1 多层薄膜制备及应力测试

太赫兹微测辐射热计焦平面阵列制备前,在硅片上沉积如图 7 所示的多层薄膜,调节制备工艺,采用 KLA-Tencor 公司的 FLX-2320 应力仪结合 Stoney 公式对薄膜应力进行测试^[13],寻找合适工艺参数.

根据沉积薄膜前后的曲率半径值结合计算出薄膜相应的应力值.

$$\sigma_f = \frac{E_s t_s^2}{6(1 - \nu_s) t_f} \left[\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right] \quad , \quad (6)$$

其中 E_s 、 ν_s 、 t_s 分别为衬底的杨氏模量、泊松比和厚度, t_f 则为薄膜的厚度, R_1 、 R_2 为薄膜沉积前后的曲率半径.

公式(6)仅针对单层薄膜沉积于硅片上测试,

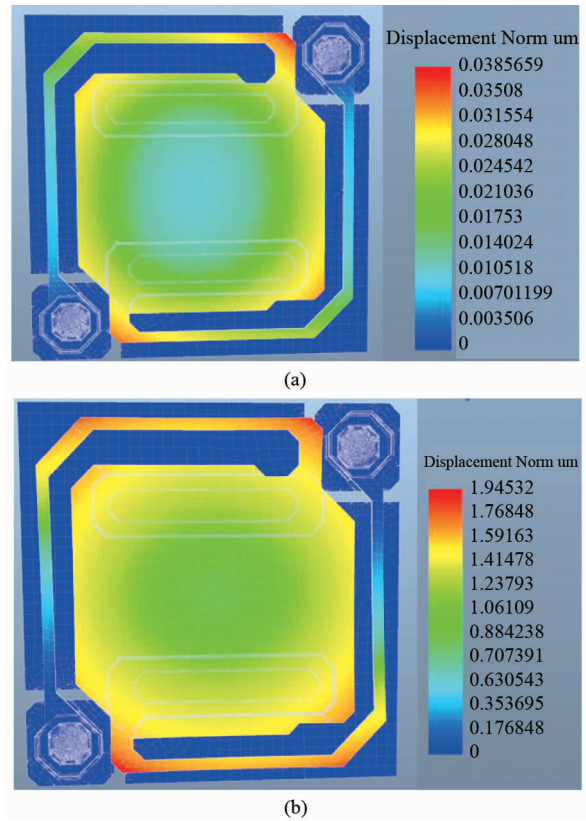


图 5 太赫兹微桥形变图(a)形变峰值极小,(b)形变峰值极大
Fig. 5 The image of THz micro-bridge deformation for (a) minimum deformation, and (b) maximum deformation

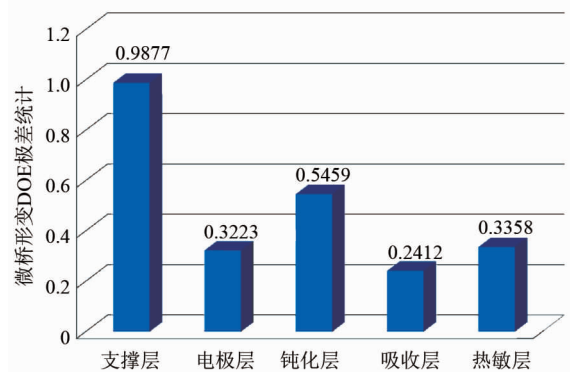


图 6 多层薄膜极差统计
Fig. 6 The multilayer thin film range statistics

对多层膜系应力^[8]根据式(7)、(8)计算所得.

$$\sigma_{\text{eff}} = \frac{E_s t_s^2}{6(1 - \nu_s) \sum_{i=1}^N t_i} \left[\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right] \quad , \quad (7)$$

$$\sigma_N = \frac{\sigma_{\text{eff}} \sum_{i=1}^N t_i - \sum_{j=1}^{N-1} \sigma_j t_j}{t_N} \quad , \quad (8)$$

其中, N, i, j 为层数; t_i 为第 i 层薄膜厚度; t_j 为第 j 层薄膜厚度, t_N 为 N 层薄膜厚度; σ_{eff} 为多层薄膜应力; σ_N 为顶层薄膜应力。

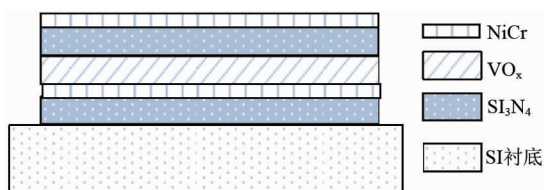


图7 多层薄膜结构
Fig. 7 Multilayer thin film structure

图7中 Si_3N_4 采用英国 STS 公司 PECVD 设备通过混频溅射技术控制应力^[14], 通过调节反应气体流量、射频功率和的高低频时间比等工艺参数, 我们获得均匀性良好应力约为 240 Mpa 的氮化硅薄膜, 此时的工艺参数如下: 硅烷/氨气流量比 = 1:10, 射频功率 60 W, 高低频时间比为 3:2。

VO_x 用磁控溅射系统制备可得, 通过控制 VO_x 退火温度来控制热敏层应力, 在真空环境退火温度 300℃, VO_x 热敏层应力约为 40 Mpa。

金属 NiCr 薄膜由磁控溅射设备制备而得, 通过调节溅射时的溅射功率、工作气压, 以及基片温度, 我们获得了合适的 NiCr 应力值, 在 300 W 功率下, 工作气压 1.0 pa, 基片温度 120℃, 可得应力约为 230 Mpa 的 NiCr 电极薄膜; 在 100 W 功率下, 工作气压 0.6 pa, 基片温度 180℃ 下, 获得应力约为 -360 Mpa 的 NiCr 吸收薄膜。

2.2 太赫兹阵列制备及形变评价

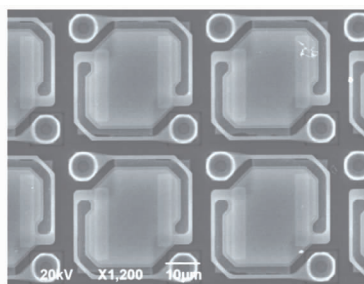
微桥结构的力学仿真结果都是在理想情况下得到的, 需通过实际制备太赫兹微测辐射热计焦平面阵列来验证. 在制备中通过控制每层薄膜的制备工艺, 获得多层膜残余应力匹配的最佳应力组合, 其关键工艺流程如表 4 所示, 具体工艺步骤如下。

首先在衬底上通过磁控溅射法制备 Al 薄膜用作反射层, 在反射层上进行聚酰亚胺的涂覆形成牺牲层, 采用 PECVD 设备制作应力约 240 Mpa 的氮化

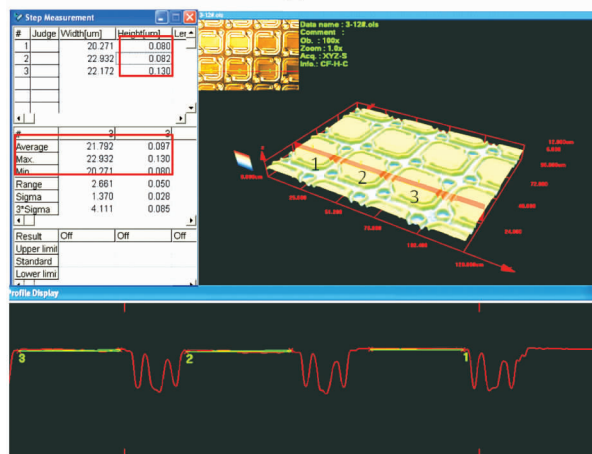
表 4 太赫兹微测辐射热计关键工艺流程
Table 4 The key processing steps of the Thz microbolometers

Procedure	1	2	3	4	5	6
Film	支撑层 (Si_3N_4)	电极层 (NiCr)	热敏层 (VO_x)	钝化层 (Si_3N_4)	吸收层 (NiCr)	释放牺牲层
Structure						
Process	PECVD	磁控溅射	磁控溅射	磁控溅射	PECVD	/
Stress	240 Mpa	230 Mpa	40 Mpa	240 Mpa	-360 Mpa	/

硅支撑层, 对该层薄膜进行光刻和刻蚀, 形成桥面支撑图案, 在支撑层上再采用磁控溅射法制备应力约 230 Mpa 的 NiCr 电极层, 在制备好电极层以后, 用磁控溅射设备制备应力约 40 Mpa 的氧化钒热敏层; 然后通过 PEVCD 工艺在热敏层上沉积应力约 240 Mpa 的钝化层 Si_3N_4 薄膜, 再在顶部用磁控溅射法制备应力约 -360 Mpa 的 NiCr 吸收层薄膜; 最后用氧气等离子体轰击将聚酰亚胺层去除, 形成具有氮化硅桥面支撑结构的太赫兹探测阵列。



(a)



(b)

图 8 (a) 太赫兹微测辐射热计阵列 SEM 图, (b) 太赫兹微测辐射热计阵列激光共聚焦显微镜 3D 形貌图

Fig. 8 (a) SEM image of Thz microbolometers array. (b) Three dimension laser scanning confocal microscope image of Thz microbolometers array

对制备的 320×240 太赫兹微测辐射热计阵列采用扫描电镜 (SEM) 进行观测, 如图 8 (a) 所示, 焦

平面形态完好,表面平整.采用 OLYMPUS LEXT OLS3000 激光共聚焦显微镜对焦平面阵列 3D 形貌进行观测与测量,如图 8(b)所示,其形变量最小为 $0.080\ \mu\text{m}$,最大为 $0.130\ \mu\text{m}$,其平均形变量为 $0.097\ \mu\text{m}$.由于仿真结果都是在理想的条件下获得,而实际制备中影响因素较多,且存在测量误差,因此,测量得到的微桥形变略大于仿真结果.从图 8(b)可以看出,微桥桥面平整度较好,未发生明显的形变.单元仿真与阵列制备结果表明,采用该应力组合的探测单元结构具有较好的力学性能.

3 结论

设计了用于太赫兹探测的微测辐射热计微桥结构,采用有限元方法建立起模型并进行力学仿真.通过基于 DOE 正交法的多层膜应力匹配设计,大幅缩短了仿真时间,得到最佳应力组合.仿真结果表明, Si_3N_4 薄膜应力对微桥形变影响显著,当支撑层、钝化层、电极层、热敏层和吸收层的应力分别为 $+200\ \text{Mpa}$ 、 $+200\ \text{Mpa}$ 、 $+200\ \text{Mpa}$ 、 $0\ \text{Mpa}$ 、 $-400\ \text{Mpa}$ 时,微桥单元具有最小形变,为 $0.0385\ \mu\text{m}$.通过控制各层薄膜的制备工艺,制备出具有最佳应力组合的太赫兹焦平面阵列.经 SEM 和共聚焦显微镜观测与测量表明,制备结果符合仿真结果,所制备出的太赫兹焦平面阵列形态完好,表面平整,形变极小.

References

[1] Kim S M, Hatami F, Harris J S, *et al.* Biomedical terahertz imaging with a quantum cascade laser [J]. *APPLIED PHYSICS LETTERS*, 2006, **88**:153903-1-153903-3.
 [2] Yamaguchi S, Fukushi Y, Kubota O, *et al.* Terahertz spectroscopy and detection of brain tumor in rat fresh-tissue samples; Conference on Optical Interactions with Tissue and Cells XXVI, 2015 [C]. San Francisco; SPIE, 2015: 93210o-1-93210o-7.

[3] Taylor Z D, Singh R S, Culjat M O, *et al.* Reflective terahertz imaging of porcine skin burns [J]. *OPTICS LETTERS*, 2008, **33**(11): 1258-1260.
 [4] Grossman E, Dietlein C, Ala-Laurinaho J, *et al.* Passive terahertz camera for standoff security screening [J], *APPLIED OPTICS*. 2010, **49**(19):106-120.
 [5] Lee A W M, Hu Qing. Real-time, continuous-wave terahertz imaging by use of a microbolometer focal-plane array [J], *OPTICS LETTERS*, 2005, **30**(19):2563-2565.
 [6] Laconte J, Iker F, Jorez S, *et al.* Thin films stress extraction using micromachined structures and wafer curvature measurements [J]. *Microelectronic Engineering*, 2004, **79**: 219-226.
 [7] Lin I K, Zhang Y h, Zhang X. The deformation of microcantilever-based infrared detectors during thermal cycling [J], *JOURNAL OF MICROMECHANICS AND MICROENGINEERING*, 2008, **18**:1-9.
 [8] Wang H J, Deng H A, Chiang S Y, *et al.* Development of a process modeling for residual stress assessment of multilayer thin film structure [J], *Thin Solid Films*, 2015, **584**:146-153.
 [9] Ke C, Liu W, Talghader J J. Curvature compensation in micromirrors with high reflectivity optical coatings [J], *Microelectro mechanical Systems*, 2011, **10**(3):409-417.
 [10] Black S H, Sessler T, Gorden E, *et al.* uncooled detector development at Raytheon; Infrared Technology And Applications XXXVII, 2011 [C]. [S. 1]:SPIE, 2011:8012A-1~8012A-12.
 [11] Franek L, Jiang X Y. Orthogonal design of experiments for parameter learning [J], *Signal Processing*, 2013, **93**:1694-1704.
 [12] Yang Zhuo, Xu Xiang-dong, Ao tian-hong, *et al.* Simulation of structure for two-layer infrared microbolometers [J]. *Infrared and Laser Engineering*. (杨卓, 许向东, 敖天宏, 等. 双层红外微测辐射热计的微桥结构仿真. *红外与激光工程*), 2012, **41**(7):1677-1683.
 [13] Chou T L, Yang S Y, Chiang K N. Overview and applicability of residual stress estimation of film-substrate structure [J], *Thin Solid Films*, 2011, **519**: 7883-7894.
 [14] Huang H, Winchester K J, Suvorova A, *et al.* Effect of Deposition Conditions Mechanical Properties of Low-Temperature PECVD Silicon Nitride Films [J]. *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A*., 2006, **435**: 453-459.

(上接 325 页)

[11] DING Nuo-Fan, DENG Hong-Mei, YANG Ping-Xiong, *et al.* Structure and optical properties of $\text{BiFe}_{1-x}\text{Zn}_x\text{O}_3$ thin films fabricated by pulsed laser deposition [J]. *Materials Letters*, 2012, **82**:71-73.

[12] ZHOU Wen-Liang, DENG Hong-Mei, CAO Hui-Yi, *et al.* Effects of Sm and Mn co-doping on structural, optical and magnetic properties of BiFeO_3 films prepared by a sol-gel technique [J]. *Materials Letters*, 2015, **144**:93-96.