

05

Влияние химико-механической обработки кремниевых пластин на морфологию их поверхности и прочность

© В.А. Козлов,^{1,2} В.И. Николаев,¹ В.В. Шпейзман,¹ Р.Б. Тимашов,¹ А.О. Поздняков,¹ С.И. Степанов¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² АО ПК „ФИД-Техника“,
194223 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: shpeizm.v@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 26 декабря 2022 г.

В окончательной редакции 5 марта 2023 г.

Принято к публикации 7 марта 2023 г.

Исследована механическая прочность различных кремниевых пластин толщиной 100 μm в зависимости от способов их получения и режимов их последующей шлифовки или полировки, включая химико-механическую. Нагружение пластин проводили методом „кольцо-в-кольцо“, величину напряжений и прогиба под малым кольцом определяли методом конечных элементов. Для всех исследованных образцов методами стилусной профилометрии и атомно-силовой микроскопии получены профили и параметры шероховатости пластин при сканировании поверхности вдоль базовой линии и по площади. Обнаружена корреляция между величиной прочности пластин и характерными параметрами профиля их поверхности (средними значениями величины и периода колебаний высоты неровностей).

Ключевые слова: кремний, прочность, шероховатость поверхности, химико-механическая обработка.

DOI: 10.21883/JTF.2023.05.55459.289-22

Введение

Тонкими и сверхтонкими пластинами кремния для современной электроники принято считать пластины относительно большого диаметра D (более 100 mm) и малой толщины d , значение которой удовлетворяет условию $d < 0.001D$. Основными потребителями кремниевых пластин с толщиной 100 μm и менее являются производители МЭМС-систем и КМОП-сенсоров, приборов 3D-памяти и сверхъярких светодиодов, устройств силовой и СВЧ электроники, а также фотоэлектрических преобразователей для солнечной энергетики. Необходимость применения все более тонких пластин определяется стремлением производителей снизить материалоемкость производства чипов и улучшить совокупность их эксплуатационных характеристик. Особо следует отметить задачу уменьшения теплового сопротивления приборных структур, что напрямую связано с уменьшением их толщины. В значительной степени сегодня именно тепловые эффекты ограничивают предельные параметры работы большинства приборов полупроводниковой электроники. С уменьшением толщины полупроводниковых структур чрезвычайную важность приобретает механическая прочность как исходных пластин в целом, так и самих чипов. Прочность исходного материала пластин и готовых чипов заметно влияет на величину производственного брака, процент выхода годных приборов и их надежность, так как определяет стойкость материала к возможным повреждениям пластин и чипов как в процессе их изготовления и сборки, так и в процессе эксплуатации в результате раз-

личных термомеханических воздействий (термоудары и термоциклирование, вибрация, ударные нагрузки, резкие ускорения и т.п.).

В связи с вышеизложенным тема механической прочности кремниевых тонких пластин вызывает в последние годы повышенный интерес. Следует отметить, что в литературе обсуждаются различные аспекты этой проблемы — от методов получения самого кремния и обработки поверхности кремниевых пластин, до выбора вида нагружения образцов, способов расчета напряжений и нахождения предела прочности пластин, а также связи между электрическими, оптическими и механическими свойствами пластин с различной шероховатостью и структурой ее поверхности.

В настоящей работе была определена прочность и исследована структура и морфология поверхности поразно подготовленных тонких пластин кремния, и предпринята попытка связать величину прочности со способом получения, обработки и характеристиками шероховатости поверхности пластин.

1. Образцы и методика измерения прочности

1.1. Приготовление образцов

В табл. 1 представлены все виды испытанных образцов с указанием происхождения, состава и способов обработки поверхности монокристаллических пластин кремния. Всего для испытаний было подготовлено 9 групп, в каждой из которых имелось от 10 до 20 образцов.

Таблица 1. Характеристики приготовления и прочность пластин кремния

№ группы	Тип пластин Si, режим утонения	Режим финишной обработки	Прочность, МПа
1	<i>p</i> -Si (100) — Чохральский (Россия), $N_A = 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14+полировка АСМ+ХМП	ХМП-2	1010 ± 456
2	<i>p</i> -Si (100) — Чохральский (Китай), $N_A = 1 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14+полировка АСМ+ХМП	ХМП-2	989 ± 440
3	<i>p</i> -Si (100) — Чохральский (Россия), $N_A = 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14+полировка АСМ+ХМП	ХМП-1	616 ± 318
4	<i>p</i> -Si (100) — Чохральский (Китай), $N_A = 1 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14+полировка АСМ+ХМП	ХМП-1	695 ± 340
5	<i>p/n</i> -Si (100) — эпитаксия (Россия), <i>p</i> -Si (50 μm)+ <i>n</i> -Si (50 μm), <i>p</i> -Si(B) с $N_A = 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$, <i>n</i> -Si(100) с $N_D = 1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14+полировка АСМ+ХМП	ХМП-2	754 ± 506
6	<i>p/n</i> -Si (100) — эпитаксия (Россия), <i>p</i> -Si (50 μm)+ <i>n</i> -Si (50 μm), <i>p</i> -Si(B) с $N_A = 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$, <i>n</i> -Si (100) с $N_D = 1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14+полировка АСМ+ХМП	ХМП-1	482 ± 246
7	<i>p/n</i> -Si (100) — эпитаксия (Россия), <i>p</i> -Si (50 μm)+ <i>n</i> -Si (50 μm), <i>p</i> -Si(B) с $N_A = 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$, <i>n</i> -Si (100) с $N_D = 1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14+полировка АСМ	Алмазная полировка АСМ 3/5	152 ± 59
8	<i>n</i> -Si (100) — Чохральский (Китай), $N_D = 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M7	Шлифовка порошком SiC M7	144 ± 33
9	<i>n</i> -Si (100) — Чохральский (Китай), $N_D = 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$. Шлифовка порошком M14	Шлифовка порошком SiC M14	127 ± 13

В строках 1–4 таблицы приведены данные для кремния *p*-типа проводимости, выращенного методом Чохральского, легированного акцепторной примесью бора до уровня $N_A = 5 \cdot 10^{18}$ или 10^{19} cm^{-3} с величиной удельного сопротивления ~ 5 и $10 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ соответственно. Исходные пластины с ориентацией (100) диаметром 100 mm и толщиной 420 μm подвергали односторонней высококачественной заводской двухстадийной химико-механической полировке (ХМП) и доводили до толщины 100 μm с тем же диаметром. Эти процедуры проводили в несколько этапов путем шлифовки тыльной стороны пластин: (1) свободным абразивом с размером зерна основной фракции 14 μm до толщины 200 μm, (2) алмазными пастами с зерном 5/3 μm до толщины 130 μm, (3) алмазной пастой с зерном 1 μm до толщины 110 μm, (4) финишной ХМП были получены пластины с толщиной 100 μm.

Шлифовка образцов и полировка алмазными пастами осуществлялась в АО ПК „ФИД-Техника“ на оборудовании производства компании „PeterWoltersGmbH“. При шлифовке использовались 500 mm стеклянные шлифовальные круги, скорости вращения кругов и пластин составляли ~ 20 и 10 min^{-1} соответственно; прижимное давление $\sim 50 \text{ g/cm}^2$. Полировка проводилась на полировальных станках „Unipol-1202“ с применением 300 mm полировальных кругов „Simba-N“ производства „MetCataGmbH“. Полировка пластин проводилась в суспензии алмазного порошка АСМ 5/3 в смеси синтанола

и глицерина в соотношении 1:50. Скорости вращения полировального круга и пластины составляли соответственно около 100 и 20 min^{-1} , прижимное давление 80–100 g/cm^2 . Для ХМП использовалась суспензия пирогенного диоксида кремния в КОН или этилендиамина с $\text{pH} = 10\text{--}12$. Химико-механическая полировка проводилась на станках „Unipol-1202“ с полировальными кругами „Simba-N“ при скорости вращения круга порядка 200 min^{-1} и давлении 250–350 g/cm^2 . На первой стадии полировки (ХМП-1) применялась суспензия наночастиц диоксида кремния размером 10–40 nm в количестве 10–20 wt.%, что обеспечивало финишный съём слоя материала толщиной $\sim 25\text{--}30 \mu\text{m}$. Вторая стадия (ХМП-2) проводилась с использованием наночастиц аморфного SiO₂ размером 7 nm, а скорость вращения полировального круга и величина давления снижались до $\sim 80 \text{ min}^{-1}$ и $\sim 100 \text{ g/cm}^2$ соответственно. Использование описанной выше финишной полировки, разработанной компанией АО „Гирооптика“, приводило к существенному уменьшению скорости удаления материала пластины и обеспечивало достижение более гладкой поверхности кремниевых пластин. Толщина удаляемого слоя кремния на второй стадии финишной полировки обычно не превышала 3–5 μm.

Пластины кремния в первых 4 строках табл. 1 имеют разных производителей, отличаются содержанием

примеси и типом финишной полировки (ХМП-1 или ХМП-2). В строках 5–7 табл. 1 представлены образцы монокристаллического кремния, полученного эпитаксиальным наращиванием последовательно слоев p - и n -типа проводимости толщиной по $50\ \mu\text{m}$ на тех же исходных подложках, что были описаны выше. Процессы эпитаксиального наращивания были выполнены в установках эпитаксиального роста типа PE2061S компании LPE на производственных мощностях АО „Эпиэл“. Легирование эпитаксиальных слоев p -типа проводимости акцепторной примесью (бор) и слоев n -типа проводимости донорной примесью (фосфор) составляло значение порядка $2 \cdot 10^{14}\ \text{cm}^{-3}$. Уменьшение толщины пластин до $100\ \mu\text{m}$ достигалось путем полного удаления подложки методами шлифовки-полировки аналогично описанным выше режимам. Образцы в строках 5–7 табл. 1 различаются финишной полировкой: ХМП-1, ХМП-2 и алмазным порошком. В строках 8, 9 табл. 1 приведены результаты для образцов кремния электронного типа проводимости, выращенного методом Чохральского и легированного фосфором до уровня $N_D = 1 \cdot 10^{15}\ \text{cm}^{-3}$ сопротивлением $5\ \Omega\ \mu\text{m} \cdot \text{cm}$ (так называемый „солнечный“ кремний). Исходные пластины имели форму „псевдо-квадратов“ со стороной $125\ \text{mm}$, толщину $180\ \mu\text{m}$ и ориентацию (100). Из исходных пластин вырезались пластины диаметром $100\ \text{mm}$, затем они шлифовались до конечной толщины $100\ \mu\text{m}$. При этом с каждой стороны пластин удалялись слои равной толщины ($\sim 40\ \mu\text{m}$) до достижения конечной толщины в $100\ \mu\text{m}$. Для шлифовки использовался шлифовальный порошок SiC с размером зерна основной фракции 14 и $7\ \mu\text{m}$.

Образцы для прочностных испытаний имели форму дисков диаметром $11.8\ \text{mm}$, были вырезаны волоконным импульсным лазером „МиниМаркер 2“ с длиной волны излучения $1.06\ \mu\text{m}$ в режиме абляции. Температура кремниевых дисков после окончания процесса резки фиксировалась с помощью тепловизора марки „Ti32 ThermalImager“ производства „FlukeCorp“. Наличие термомеханических напряжений и толщина прилегающих к области реза нарушенных слоев кремния контролировались по данным рентгеновской топографии по методу Ланга в отражении (531) $\text{CuK}\alpha$ при $\alpha = 30^\circ$, $2\theta = 114^\circ$. Выбранный режим резки (длительность импульсов 12–30 ns, средняя световая мощность 5–10 W, частота следования импульсов 20–40 kHz, скорость перемещения светового пятна 400–800 mm/s) обеспечивал в области реза температуру не более 100°C и толщину нарушенных резкой слоев $\sim 10\ \mu\text{m}$.

Измерения толщины образцов проводилось с точностью не хуже $1\ \mu\text{m}$, что достигалось применением цифрового преобразователя линейных перемещений со штоком „ЛИР-19А“, устройства цифровой индикации „ЛИР-500А“ и измерительной оптической стойки „С-III М“ со столиком. Разброс толщины отдельных дисков в пределах их диаметра $11.8\ \text{mm}$ не превышал $1\ \mu\text{m}$, разброс средней толщины $11.8\ \text{mm}$ дисков между собой в отобранных для измерений группах составлял $\pm 2\ \mu\text{m}$.

1.2. Методика испытаний и расчет напряжений

В последние годы появилось много работ, посвященных прочности кремниевых пластин. Единого критерия для выбора способа определения прочности тонких пластин кремния в настоящее время нет. Большинство исследователей за величину прочности принимают критическое максимальное растягивающее напряжение при изгибе, одноосном (трех- или четырехточечный одноосный изгиб полосок [1–8]) или двухосном (биаксиальном) изгибе пластин [9–14]. Значительно реже используются другие виды воздействия, например, индентирование [15] и разрушение в результате термического расширения при нагревании, стимулирующего развитие трещин [16]. Аналитические выражения для максимальных напряжений при изгибе были заимствованы из работ по разрушению других хрупких тел (стекла, керамики и др.). Расчет прочности проводится по формулам классической теории упругости в соответствии со стандартом ASTM C 1161-02c для случая одноосного изгиба с ASTM C 1499–15 для осесимметричного варианта биаксиального изгиба, формулы напряжений и прогиба для которого, используемые в экспериментах, впервые были получены и применены для стекла в ФТИ им. А.Ф. Иоффе [17]. Недостатком аналитических решений для напряжений при изгибе является то, что они работают при малых прогибах, что для тонких кремниевых пластин справедливо только для образцов с низкой прочностью [13].

Использование метода конечных элементов (МКЭ, finite element method, FEM) [1,9,11–14] открыло широкие возможности для анализа напряженного состояния пластин любой прочности. Это в полной мере относится и к одно-, и двухосному изгибу. Созданные программы позволили вычислять напряжения при больших прогибах для одноосного изгиба [1], а также использовать разнообразные сочетания формы опорного и нагружающего устройств при биаксиальном изгибе, такие как кольцо-в-кольцо (ring-on-ring test) [1,9,11–14], шар-в-кольцо (ball-on-ring test) [18], шток-в-кольцо, (piston-on-balls test), шар-в-3шара, являющимися вершинами равностороннего треугольника (ball-on-three-balls test) и 3шара-в-3шара с большим расстоянием между опорными шарами (three-balls-on-three-balls test). Следует заметить, что для кремния использовались только первые два вида комбинации опоры и нагружающего устройства, остальные были задействованы для керамических образцов [19]. Однако испытания с тремя шарами могут представлять интерес и для кремния, поскольку задача определения напряжений для них не является осесимметричной, как в других случаях, что имеет место для большинства кристаллографических направлений в монокристаллах кремния. Упругие постоянные в монокристаллах кремния изотропны только в плоскостях (111), что заставляет при определении напряжений использовать некий усредненный модуль упругости [13].

Наиболее распространенным методом нагружения при измерении прочности тонких пластин кремния биаксиальным изгибом является метод кольцо-в-кольцо, т. е. используются кольцевые опора и нагружающий наконечник. При этом размеры пластины превышают диаметр большого кольца, так что ее края, являющиеся очевидными концентраторами напряжений, выступают за опору, оказываются слабо нагруженными и не могут быть зародышами трещины, приводящей к разрушению. При растяжении полосок трех- или четырехточечным изгибом разрушение в большинстве случаев начинается на краю пластины. Расчеты напряжений методом конечных элементов для нагружения кольцо-в-кольцо и непосредственное их измерение рентгеновским или оптическим методами [11,20,21] показали, что максимальными являются радиальные напряжения в точках поверхности под кольцом меньшего диаметра на стороне пластины, противоположной стороне касания этого кольца. Тангенциальные напряжения также имеют максимум в этих точках, но их величина заметно меньше радиальных. Следует заметить, что реальные напряжения в тонких пластинах при испытании кольцо-в-кольцо могут несколько отличаться от рассчитанных по задаче осесимметричного изгиба. Причиной этого могут быть контактные напряжения (поле напряжений в контактной задаче Герца), упоминавшаяся выше асимметрия упругих свойств материала пластины, что имеет место, например, в кремнии ориентации [100]), а также различного рода асимметрия морфологии поверхности и др.). Поскольку непосредственное определение напряжений является весьма трудной задачей, то встает вопрос о контроле расчетных методов определения напряжений. В настоящей работе был использован простой метод оценки корректности расчетной модели по сравнению с полученной в ней зависимости величины прогиба под кольцом малого диаметра от нагрузки с аналогичной зависимостью экспериментального прогиба, который равен перемещению подвижного штока испытательной машины.

Определение прочности пластин проводилось на универсальной испытательной машине „Instron1342“ с использованием оригинальной оснастки осесимметричного изгиба, разработанной в ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Для тестирования прочности образцов диаметром 11.8 mm и толщиной 100 μm , был изготовлен комплект опорных и нагружающих колец диаметром соответственно 8.4 и 4.4 μm . Скорость нагружения составляла 0.2 mm/min. В ходе эксперимента фиксировалась сила F в зависимости от перемещения штока испытательной машины $\Delta l = w(a)$, т. е. прогиба пластины под нагружающим кольцом. В работе [13] подробно обсуждалась проблема определения максимальных напряжений σ как функции приложенной силы F , рассматривались как экспериментальные, так и численные методы. Было показано, что хорошее совпадение с известным экспериментом дают расчеты напряжений методом конечных элементов. В настоящей работе расчеты выполнялись в пакете

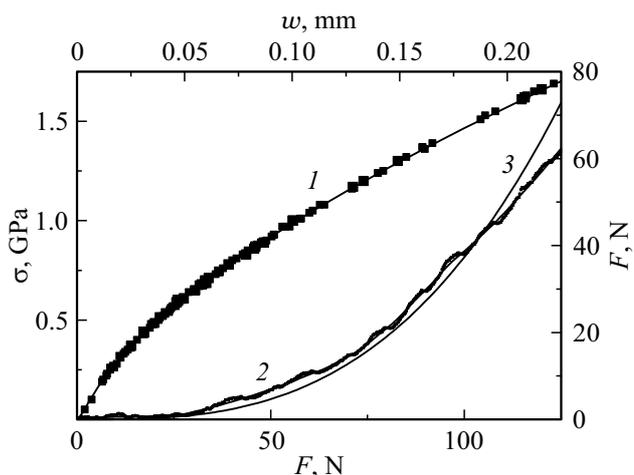


Рис. 1. Соотношение между приложенной силой F и (1) напряжениями σ (шкала нижняя и левая, кривая — расчет по МКЭ, точки — выборки для образцов с различной прочностью) и между F и прогибом под малым кольцом w (2 — эксперимент, 3 — расчет по МКЭ).

„Comsol Multiphysics“. Рассматривалась осесимметричная модель пластины с применением прямоугольных конечных элементов и характерным размером ячейки примерно в 4 раза меньшей толщины пластины. В качестве граничных условий задавались: отсутствие перемещений по периметру соприкосновения опорного кольца и пластины и равномерное распределение нагрузки по периметру соприкосновения нагружающего кольца и пластины. Используемая модель обеспечивала хорошую сходимость решения. Критерием правильности расчета напряжений служило сравнение экспериментальной зависимости нагрузки F от прогиба $w(a)$, где a — радиус малого кольца с полученной МКЭ при тех же граничных условиях, которые использовались при расчете напряжений. На рис. 1 приведена кривая $F(w(a))$, усредненная по 125 образцам с различной обработкой поверхности, но неизменной геометрией испытаний, и расчетная кривая. Как видно на рис. 1, расчетная и экспериментальная кривые близки, что позволяет определять максимальные напряжения в пластине по зависимости $\sigma(F)$, полученной в рамках описанного выше расчета (рис. 1). Характеристики материала девяти групп образцов и их механическая прочность, за которую принималась усредненная величина расчетного значения радиальных напряжений в момент разрушения, приведены в табл. 1.

Профилометрия поверхности образцов осуществлялась с использованием стилусного профилометра „AlphaStepD120“ производства „KLA-TencorCorp“. Структура поверхности образцов контролировалась с помощью оптического микроскопа „Nikon Eclipse“, а также растрового электронного микроскопа „Camscan S4-90FE“ („Cambridge Instruments“). Для детального изучения поверхности образцов в нанометровом масшта-

бе использовался атомно-силовой микроскоп „NTEGRA Aura“ производства „NT-MDT“.

2. Измерение прочности образцов

Несмотря на большой разброс значений прочности кремниевых пластин, что типично для хрупких тел, сравнение средних значений прочности по-разному приготовленных образцов позволяет выявить следующие тенденции ее изменения в зависимости от типа пластины и финишной обработки (табл. 1). Наименьшее значение прочности показали образцы, которые обрабатывались только шлифовкой свободным абразивом с размером зерна основной фракции 14 и 7 μm (127 и 144 МПа соответственно, две нижние строки таблицы). Образцы из кристаллов p -типа, выращенных по методу Чохральского, после двухстадийной ХМП (ХМП-1 + ХМП-2) имели более высокую прочность по сравнению с образцами, обработанными только в одну стадию ХМП-1 (~ 1 ГПа против 0.6 ГПа). При этом разница в значении прочности кремния от разных производителей с несколько отличающимся уровнем легирования бором составляла величину не более 10%. Для эпитаксиально выращенных слоев кремния пластины после двухстадийной полировки также имели среднюю прочность, которая превышала прочность, достигнутую при одностадийном процессе (0.75 ГПа против 0.48 ГПа). Подобное влияние различий в полировке на прочность хрупких тел различной природы (полупроводников, стекол, керамик и др.) хорошо известно и связывается обычно с тем, что финишная полировка (ХМП-2) со слабым механическим воздействием и более выраженной составляющей химического процесса удаления материала сглаживает неровности поверхности, остающиеся после первой стадии полировки ХМП-1. При этом для первой стадии процесса полировки, даже если после нее остаются неровности, малые по своей высоте, они имеют острые вершины и являются опасными концентраторами напряжений, что снижает прочность образцов с такой поверхностью.

Из приведенных в таблице данных следует, что способ получения кремния (эпитаксиальный или выращенный по методу Чохральского) оказывает влияние на прочность образцов, а небольшие различия в степени легирования исследованных кристаллов бором от разных производителей практически не влияют на их прочность. Разница для отличающихся по легированию образцов не превышала точности выполненных измерений и была заметно ниже уровня разброса значений прочности образцов из одной группы.

Для анализа рассеяния измерений прочности кремния, как и других хрупких материалов, принято использовать распределение Вейбулла $P(\sigma)$, которое имеет следующий вид [20]:

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right), \quad (1)$$

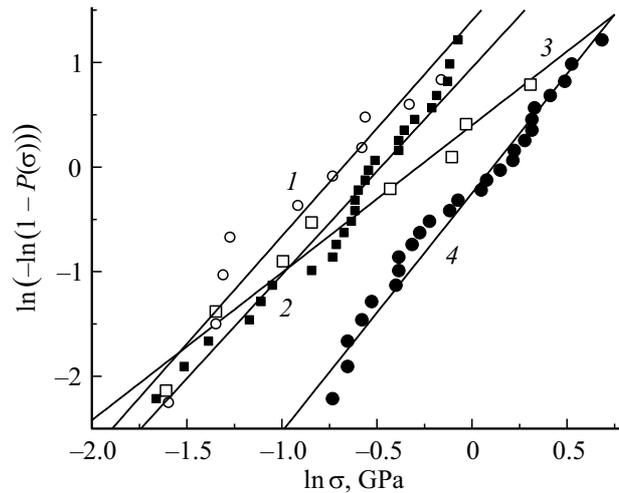


Рис. 2. Распределения Вейбулла для эпитаксиального кремния (1, 3) и выращенного способом Чохральского (2, 4) после финишной обработки ХМП-1 (1, 2) и ХМП-2 (3, 4).

Таблица 2. Характеристики распределения Вейбулла для прочности эпитаксиального и выращенного способом Чохральского кремния

Способ получения кремния	ХМП-1		ХМП-2	
	m	σ_0 , GPa	m	σ_0 , GPa
Эпитаксия	2.06	0.50	1.41	0.76
По Чохральскому	1.98	0.63	2.28	1.11

где два параметра σ_0 и m характеризуют соответственно величину прочности и ширину ее распределения. Для определения этих параметров строят экспериментальную зависимость в координатах $\ln(-\ln(1-P)) - \ln \sigma$, которая, как следует из (1), представляет собой прямую, наклоном которой является m , а по другому параметру можно вычислить σ_0 . На рис. 2 в качестве примера приведены подобные зависимости для образцов p^+ -Si, полученных по методу Чохральского (строки 1–4 табл. 1, данные для кремния от разных производителей были объединены) и эпитаксиальных образцов (строки 5 и 6 табл. 1), прошедших обработку ХМП-1 и (ХМП-1 + ХМП-2). Значения параметров Вейбулла приведены в табл. 2. Проведенные по экспериментальным точкам прямые имеют малый наклон и смещены по оси напряжений, что свидетельствует о разной величине прочности и слабо отличающейся ширине распределения. Малая величина m , очевидно, связана не только с естественным разбросом величины прочности, но и с малыми размерами образцов, для которых малые отклонения в условиях нагружения могут привести к большому ее изменению.

Следует отметить, что одного только распределения Вейбулла, основанного на концепции наислабейшего

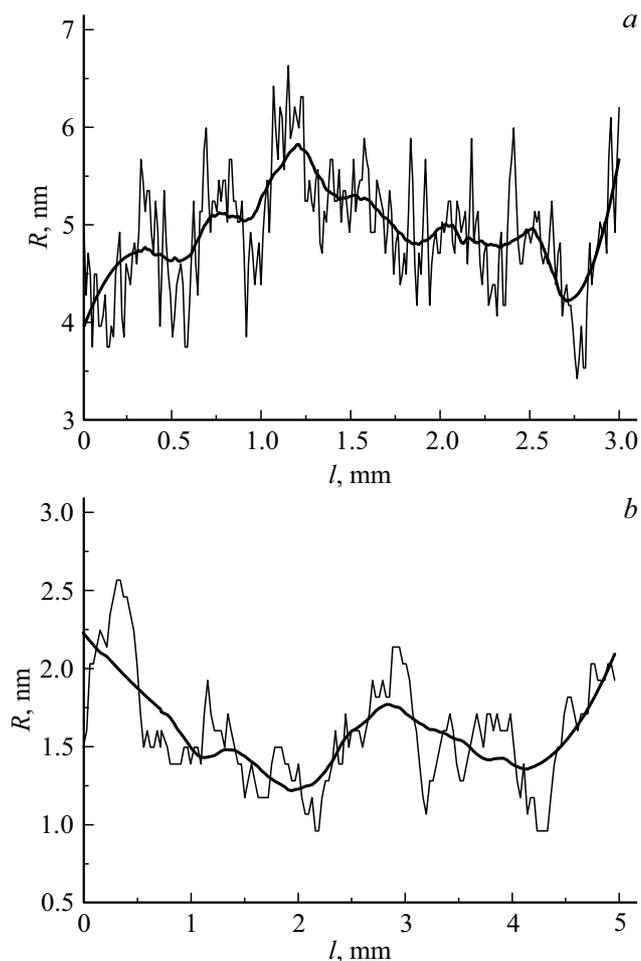


Рис. 3. Зависимость высоты неровностей поверхности пластины кремния при измерении вдоль линии; вид финишной обработки: ХМП-1 (а), ХМП-2 (б).

звена и справедливого в случае определения прочности при нагружении образца с постоянной скоростью, может оказаться недостаточно для прогнозирования срока эксплуатации пластин кремния в реальных условиях. Как было показано в [21], наличие циклической составляющей нагрузки, что имеет место, например, при колебаниях температуры или вибрации, приводит к ускорению разрушения. Эти эффекты могут быть наиболее выражены, например, для приборов силовой электроники и МЭМС. Таким образом, кинетические эффекты следует учитывать при прогнозировании разрушения кристаллов полупроводниковых приборов на основе кремния.

3. Исследование морфологии поверхности образцов

Для установления связи прочности с характеристиками профиля поверхности были проведены измерения высоты неровностей на поверхности образцов кремния, выращенных по методу Чохральского, после ХМП-1 и ХМП-2 вдоль базовой линии (рис. 3). Там же пока-

Таблица 3. Характеристики шероховатости поверхности, измеренные вдоль базовой линии

Характеристика шероховатости	ХМП-1	ХМП-2
Среднее значение абсолютных величин высоты профиля R_a , nm	0.47	0.26
Разность между максимальной и минимальной высотой профиля $R_{\max} - R_{\min}$, nm	2.89	1.60
Высота неровностей профиля по десяти точкам R_z , nm	2.83	1.54
Среднеквадратичное отклонение R_q , nm	0.61	0.34
Среднеквадратичное отклонение от усредненной кривой R_{qs} , nm	0.43	0.24
Шаг неровностей S_m , μm	0.44	≈ 4.2

Таблица 4. Характеристики шероховатости поверхности, усредненные по данным для двух сканов пластин с ХМП-1 и ХМП-2

Характеристика шероховатости	ХМП-1	ХМП-2
Максимальный перепад вершина–впадина $R_y = R_{\max} - R_{\min}$, nm	11.50	3.64
Высота неровностей профиля по десяти точкам R_z , nm	5.65	1.82
Среднеквадратичное отклонение R_q , nm	0.69	5.69

заны усредненные по 50 точкам кривые, на которых отчетливо прослеживается периодичность высоты точек профиля поверхности. Шероховатость поверхности оценивалась по следующим показателям: среднее значение абсолютных величин высоты профиля R_a , разности между максимальным и минимальным значениями высоты $R_y = R_{\max} - R_{\min}$, высоте неровностей профиля по 10 точкам (5 наибольших и 5 наименьших) R_z , среднеквадратичным отклонениям измеренных значений высоты R_q и их отклонений от усредненной кривой R_{qs} , а также по шагу неровностей на усредненной кривой (табл. 3). Как видно из табл. 3, все показатели высоты неровностей для образцов после ХМП-1 выше, чем для образцов после ХМП-2, а шаг неровностей меньше.¹ Полученные результаты, очевидно, связаны с влиянием химической составляющей полировки, преобладающей в ХМП-2, которая сглаживает неровности, уменьшая их высоту и растягивая неровности на большую длину поверхности. Характер неровностей определяет и соотношение прочности образцов, которая ниже у образцов после ХМП-1 по сравнению с ХМП-2 (табл. 1).

¹ Следует заметить, что для определения малых шагов изменений высоты профиля нужно проводить большее число измерений, а также рассматривать возможное влияние на них различного рода помех.

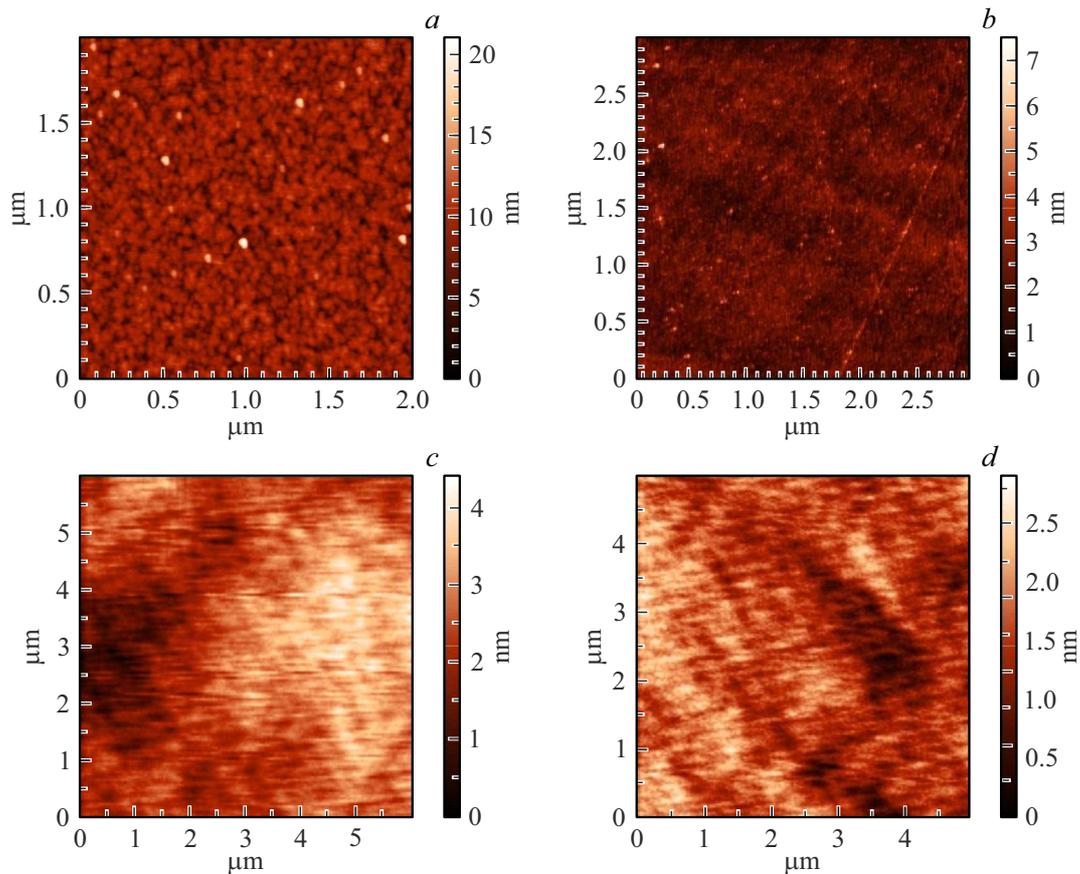


Рис. 4. Примеры АСМ сканов поверхности четырех полированных пластин кремния, выращенного способом Чохральского и отличающихся режимом полировки: скан 1 (*a*) и скан 2 (*b*) — для пластин, полированных в режиме ХМП-1; скан 3 (*c*) и скан 4 (*d*) — для пластин, полированных в режиме ХМП-2.

Приведенные выше данные о различиях шероховатости пластин, измеренных в линейном режиме регистрации профиля их поверхности, были подтверждены и для случая сканирования поверхности образцов по площади. На рис. 4 представлены примеры такого сканирования для двух групп образцов после полировки в режимах ХМП-1 и ХМП-2. В табл. 4 приведены результаты обработки сканов, выполненные аналогично режиму линейного сканирования, которые также подтверждают, что полировка в режиме ХМП-2 имеет меньшие в сравнении со стандартной ХМП-1 значения высот перепадов рельефа поверхности образцов и меньший уровень их шероховатости.

При сравнении результатов сканирования профиля поверхности по линии и по площади следует отметить, что преимуществом измерений по линии является то, что в них есть одна координата, вдоль которой последовательно измеряется высота точек поверхности. Это важно для анализа периодичности изменения высоты рельефа поверхности. Зато измерения по площади более представительны по числу точек. Характеристики шероховатости по площади отличаются от таковых по линии, поскольку в первом случае значительно больше точек

измерения ($\sim 25\,000$ против ~ 250), и максимальный размах высот как по одной паре точек, так и по 10 точкам больше.

На рис. 5, *a* представлены скан по площади и типичная линейная профилограмма поверхности образца кремния, полированного алмазной пастой с размером зерна $1\,\mu\text{m}$ (строка 7, табл. 1). Рис. 5, *b*, *c* показывают структуру и профиль поверхности образцов, которые шлифовались порошками с размером зерна абразива 7 и $14\,\mu\text{m}$ (строки 8 и 9, табл. 1). Не останавливаясь подробно на деталях анализа экспериментальных данных для образцов этих групп, можно констатировать, что их прочность также оказалась в прямой зависимости от параметров шероховатости их поверхности: чем более острые и глубокие нарушения присутствовали на поверхности образцов, тем меньше оказывалась их прочность.

Совокупность высот рельефа, измеренных вдоль некоторого направления, для пластин кремния с различной обработкой поверхности можно рассматривать как проявление случайного процесса, характеристики которого можно определить путем прямого преобразования Фурье полученных экспериментально зависимостей высоты R_n от номера точки (расстояния). Подроб-

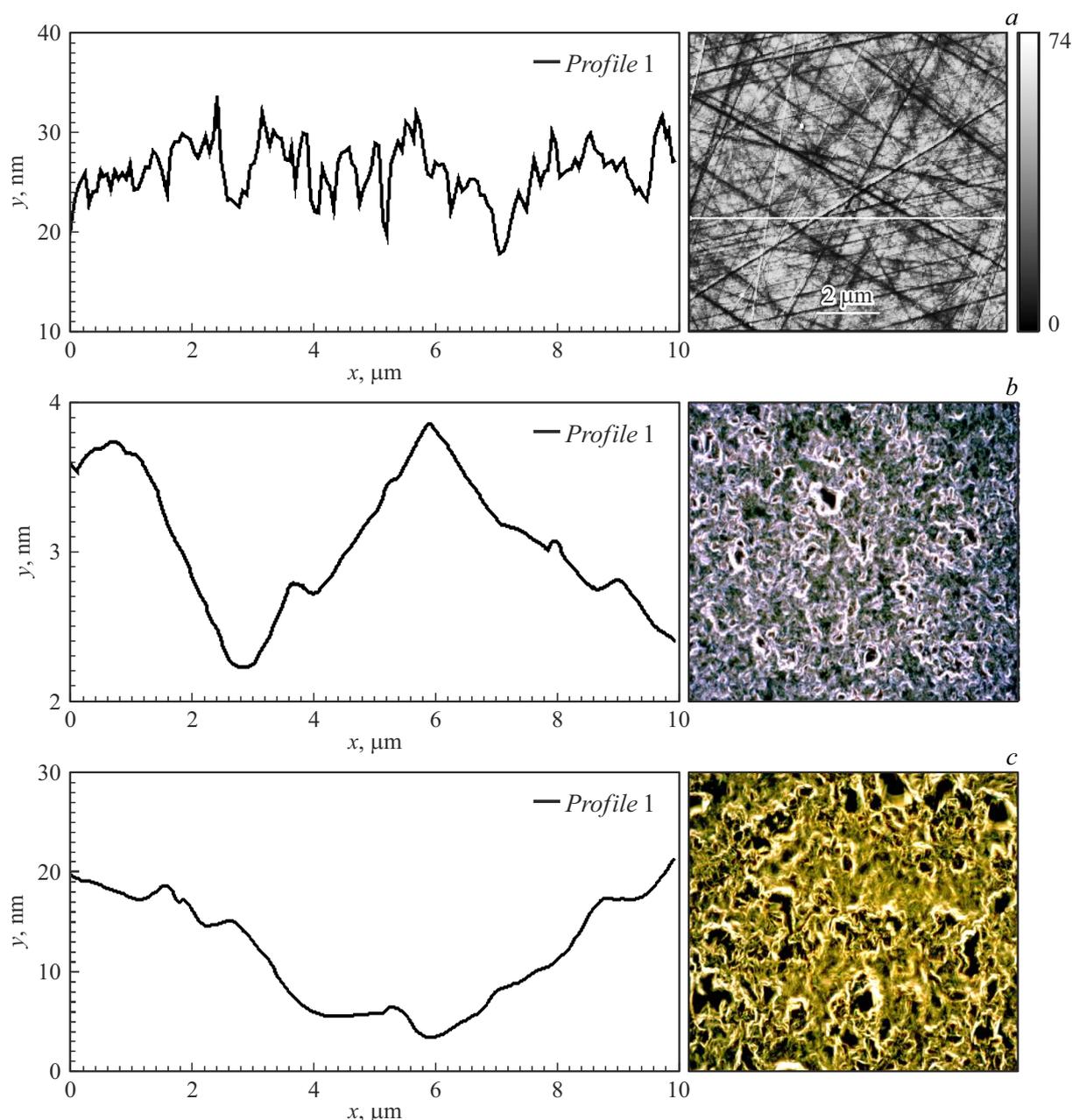


Рис. 5. Типичные профилограммы и вид поверхности для образцов группы 7, полированных алмазной пастой с размером зерна $1 \mu\text{m}$ (a), и образцов групп 8 и 9, шлифованных порошками SiC с размером зерна $7 \mu\text{m}$ (b) и $14 \mu\text{m}$ (c).

ное описание использования метода фликер-шумовой спектроскопии для анализа шероховатости поверхности кремниевых пластин приведено в [22]. В работах [23–25] развит метод количественного анализа морфологии поверхностных структур, образующихся при деформировании и разрушении нагруженных твердых тел, основанный на концепции масштабной инвариантности рельефа поверхности, вызванного дефектами [24]. Масштабная инвариантность анализируется на основе данных профилометрии высокого разрешения и вычисления показателей скейлинга (фрактальной размерности и показателя Херста [24]). В [26] исследовано изменение параметра

Херста для шероховатости поверхности образцов, подвергнутых действию циклической или высокоскоростной нагрузки. Установлено небольшое изменение показателя Херста при усталостном нагружении образцов и значительное его изменение для динамически нагруженных образцов.

На рис. 6 представлена в двойных логарифмических координатах зависимость действительной части спектра мощности случайного процесса от частоты. Величину постоянной Херста H_1 определяли по формуле $n = 2H_1 + 1$ [27]. Значения n и H_1 для пластин кремния с ХМП-1 и ХМП-2 приведены в табл. 5. В [28] сделан

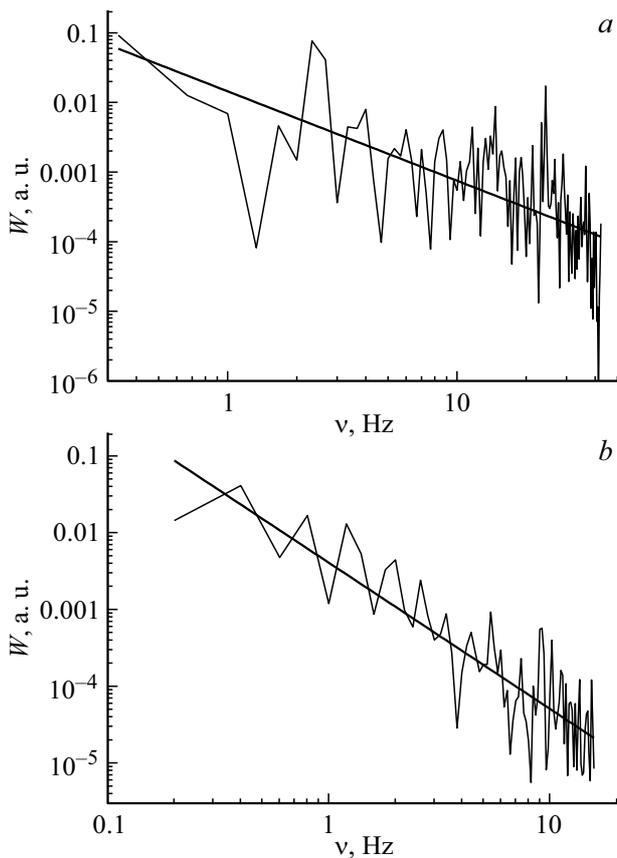


Рис. 6. Представленная в двойных логарифмических координатах зависимость действительной части спектра мощности случайного процесса возникновения микронеровностей на поверхности кремния (рис. 3), вид финишной обработки: ХМП-1 (а), ХМП-2 (б).

Таблица 5. Характеристики спектра мощности случайного процесса возникновения неровностей на поверхности пластин кремния после ХМП

Вид обработки	Показатель степени n	Постоянная Херста H_1
ХМП-1	1.28 ± 0.14	0.14 ± 0.07
ХМП-2	1.90 ± 0.13	0.46 ± 0.07

вывод о том, что показатель H_1 равен нулю для периодических или близких к периодическим вариациям наблюдаемой величины, а в [24] показано, что $H_1 = 0.5$ соответствует случайным процессам, причем для $H_1 < 0.5$, что имеет место для обеих серий наших образцов, система сохраняет свойство антиперсистентности, т.е. рост наблюдаемой величины сменяется убыванием и наоборот. Можно полагать, что чем ближе показатель Херста к 0.5, тем больше отклонение от периодичности и процесс ближе к хаотическому. Таким образом, менее упорядоченное распределение высот рельефа поверхности пластины способствует росту прочности. Возможно, это связано с тем, что хаотичность рельефа затрудняет

зарождение и развитие приповерхностных трещин в образце. Этот вывод представляется важным, поскольку он, наряду с измерениями прочности, может быть использован при прогнозировании эксплуатационного ресурса пластин.

Заключение

1. Состояние поверхности тонких пластин кремния является важнейшим фактором, определяющим их прочность. В перечисленных выше работах [1–16] рассматривалось влияние условий получения и обработки тонких пластин кремния на их прочность. Любое изменение этих условий, даже таких как место в пластины в слитке, откуда она была вырезана, легирование материала пластины контролируемые или фоновыми примесями, место расположения чипа малого размера на исходно большой пластине сказываются на величине прочности образца. Однако основное влияние на прочность тонких и сверхтонких пластин оказывают режимы их механической и химико-механической обработки. Причем для достижения максимальной прочности решающим фактором является выбор оптимальных условий финишной ХМП, обеспечивающих получение гладких поверхностей с минимальным уровнем шероховатости. Реализация таких условий возможна при использовании двухстадийной ХМП с финишной доводкой, минимизирующей механическую составляющую процесса съема материала.

2. При определении прочности хрупких тонких пластин помимо проблем, связанных с правильной подготовкой образцов для испытаний, существует не менее важные проблемы выбора способа испытаний и расчета прочности. Чтобы избежать влияния на прочность краевого эффекта, присутствующего в испытании на одноосный изгиб, следует использовать испытания биаксиальным изгибом. Расчеты прочности по формулам теории упругости для тонких пластин справедливы только для малопрочных образцов, и потому особого интереса не представляют. Метод МКЭ позволяет рассчитать прочность по существующим программам моделирования процесса изгиба пластины, но чтобы оценить правильность выбранной модели, нужно развивать методы ее экспериментальной проверки. В первом приближении можно оценить справедливость расчетной модели путем сравнения экспериментальной зависимости прогиба пластины с получаемой по МКЭ.

3. Помимо перечисленных выше проблем, связанных с методами подготовки тонких пластин и определения предела их прочности, существует проблема правильного выбора ключевых количественных характеристик морфологии поверхности пластин, определяющих их прочность, методов их регистрации и обработки. В работе проведено измерение профиля поверхности пластин кремния и предпринята попытка связать прочность пластин кремния со стандартными характеристиками ше-

рховатости поверхности (ГОСТ 2789–73, ISO 25178). Показано, что даже небольшое изменение состояния поверхности в зависимости от режима ХМП (ХМП-1 или ХМП-2) оказывает решающее влияние на прочность пластин. Предложено объяснение, связывающее указанный результат с влиянием химической полировки, преобладающей в ХМП-2, которая сглаживает неровности, уменьшая их высоту и растягивая неровности на большую длину поверхности. При этом связать прочность образцов с параметрами их поверхности для различных режимов ХМП удалось только с использованием результатов точных измерений, выполненных с применением атомно-силового микроскопа с субнанометровым разрешением.

4. При оценках времени безотказной работы приборов, использующих в своей основе тонкие кремниевые пластины, базирующихся на прогнозировании возможных изменений механических свойств пластин и их разрушения, следует учитывать не только среднюю статическую прочность и структуру профиля поверхности, но и возможные кинетические эффекты, поскольку при циклическом и выраженном динамическом нагружении тонких пластин вероятность из разрушения оказывается значительно более высокой, чем при статическом воздействии.

Благодарности

Авторы выражают признательность А.В. Анкудинову за помощь в выполнении работ по характеристике поверхности образцов разных групп с применением АСМ-микроскопии, И.Л. Шульпиной за выполнение работ по рентгеновской топографии и В.С. Левицкому за профилометрию поверхности исходных пластин большой площади с применением методов стилусной профилометрии.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] F. Kaule, B. Köhler, J. Hirsch, S. Schoenfelder, D. Lausch. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, **185**, 511 (2018). DOI: 10.1016/j.solmat.2018.05.057
- [2] V.A. Popovich, A. Yunus, M. Janssen, I.M. Richardson, I.J. Bennett. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, **95**, 97 (2011). DOI: 10.1016/j.solmat.2010.04.038
- [3] V.A. Popovich, A.C. Riemsлаг, M. Janssen, I.J. Bennett, I.M. Richardson. *Int. J. Mater. Sci.*, **3**, 9 (2013).
- [4] H. Sekhar, T. Fukuda, K. Tanahashi, H. Takato, H. Ono, Y. Sampei, T. Kobayashi. *Mater. Sci. Semicond. Process.*, **119**, 105209 (2020) DOI: 10.1016/j.mssp.2020.105209
- [5] J.-H. Woo, Y.-Ch. Kima, S.-H. Kima, J. Jang, H. N. Hanc, K.J. Choi, I. Kim, J.-Y. Kima. *Scripta Mater.*, **140**, 1 (2017). DOI: 10.1016/j.scriptamat.2017.06.047
- [6] M. Boniecki, P. Kamiński, W. Wesołowski, K. Krzyżak. *Maerialitye-Elekrnriczne (Electron. Mater.)*, **44**, 8 (2016).
- [7] D. Echizenya, H. Sakamoto, K. Sasaki. *Proced. Eng.*, **10**, 1443 (2011). DOI: 10.1016/j.proeng.2011.04.239
- [8] A.M. Gabor, R. Janoch, A. Anselmo, J.L. Lincoln, H. Seigneur, Ch. Honeker. *Proc. of the IEEE 43rd Photovoltaic Specialists Conf (PVSC)* (Portland, OR, USA, 2016), v. 6.1, p. 3574. DOI: 10.1109/PVSC.2016.7750338
- [9] S. Gouttebroze, H.I. Lange, X. Ma, R. Glockner, B. Emamifard, M. Syvertsen, M. Vardavoulias, A. Ulyashin. *Phys. Status Solidi A*, **210**, 777 (2013). DOI: 10.1002/pssa.201300003
- [10] G. Coletti, N. van der Borg, S. De Iuliis, C.J.J. Tool, L.J. Geerligs. *Proc of the 21st European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition* (Dresden, Germany, 2006), rx06032.
- [11] V.A. Popovich, W. Geerstma, M. Janssen, I.J. Bennett, I.M. Richardson. *EPD Congress 2015*. Ed. by J. Yurko, A. Allanore, L. Bartlett, J. Lee, L. Zhang, G. Tranell, Y. Meteleva-Fischer, S. Ikhmayies, A.S. Budiman, P. Tripathy, G. Fredrickson (Springer, 2016), 241–248.
- [12] E. Cereceda1, J. Barredo, J.R. Gutierrez, J.C. Jimeno. *Proc. of the 25th European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition. 5th World Conference on Photovoltaic Energy Conversion* (Valencia, Spain, 2010), 1665–68.
- [13] В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, А.О. Поздняков, А.В. Бобыль, Р.Б. Тимашов, А.И. Аверкин. *ЖТФ*, **90** (1), 79 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2020.01.48665.148-19 [V.V. Shpeizman, V.I. Nikolaev, A.O. Pozdnyakov, A.V. Bobyl', R.B. Timashov, A.I. Averkin. *Tech. Phys.* **65** (1), 73 (2020). DOI: 10.1134/S1063784220010259]
- [14] S.E. Nikitin, V.V. Shpeizman, A.O. Pozdnyakov, S.I. Stepanov, R.B. Timashov, V.I. Nikolaev, E.I. Terukov, A.V. Bobyl. *Mater. Sci. Semicond. Process.*, **15**, 106386 (2022). DOI: org/10.1016/j.mssp.2021.106386
- [15] G. Rozgonyi, K. Youssef, P. Kulshreshtha, M. Shi, E. Good. *Solid State Phenomena*, **178–179**, 79 (2011). DOI: 10.4028/www.scientific.net/SS. P. 178–179.79
- [16] A. Masolin, P. Bouchard, R. Martini, M. Bernacki. *J. Mater. Sci.*, **48**, 979 (2013). DOI: 10.1007/s10853-012-6713-7
- [17] Ф.Ф. Витман, В.П. Пух. *Заводская лаборатория*, **29**, 863 (1963).
- [18] M. Oswald, T. Loewenstein, O. Anspach, J. Hirsch, D. Lausch, S. Schoenfelder. *Proc of the European PV Solar Energy Conference and Exhibition* (Amsterdam, Netherlands, 2014). DOI: 10.4229/EUPVSEC20142014-2AV.1.38
- [19] M. Staudacher, T. Lube, J. Schlacher, P. Supancic. *Open Ceramics*, **6**, 100101 (2021). DOI: 10.1016/j.oceram.2021.100101
- [20] W. Weibull. *J. Appl. Mech.*, **18**, 293 (1951). DOI: 10.1115/1.4010337
- [21] В.А. Степанов, Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейзман. *Прочность и релаксационные явления в твердых телах* (Наука, Л., 1984), 245 с.
- [22] N.I. Kargin, A.S. Gusev, S.M. Ryndya, A.D. Bakun, A.E. Ieshkin, A.A. Akovantseva, P.I. Misurkin, S.G. Lakeev, I. Matushchenko, S.F. Timashev. *Sci. Vis.*, **9**, 28 (2017).
- [23] M. Zaiser. *Adv. Phys.*, **55**, 185–245 (2006).
- [24] Е. Федер. *Фракталы* (Мир, М., 1991) [J. Feder. *Fractals* (Plenum Press, NY., 1988)]
- [25] E. Bouchaud. *J. Phys. Condens. Matter*, **9**, 4319 (1997). DOI: 10.1088/0953-8984/9/21/002

- [26] В.А. Оборин, М.В. Банников, Ю.В. Баяндин, М.А. Соковиков, Д.А. Билалов, О.Б. Наймарк. Вестник ПНИПУ. Механика, **2**, 116 (2015). [V.A. Oborin, M.V. Bannikov, Y.V. Bayandin, M.A. Sokovikov, D.A. Bilalov, O.B. Naimark. PNRPU Mech. Bull., **2**, 116 (2015). DOI: 10.15593/perm.mech/2015.2.07]
- [27] S.F. Timashev, Yu.S. Polyakov. Fluct. Noise Lett., **7**, R15 (2007). DOI: 10.1142/S0219477507003829
- [28] С.Д. Андреев, Л.С. Ивлев. Оптика атмосферы и океана, **10**, 1450 (1997).