

05.1

Исследование прочности тонких пластин кремния в зависимости от методов обработки их поверхности при утонении

© В.А. Козлов^{1,2}, В.И. Николаев¹, В.В. Шпейзман¹, Р.Б. Тимашов¹, А.О. Поздняков¹, С.И. Степанов¹¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия² АО „ПК „ФИД-Техника“, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: shpeizm.v@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 4 мая 2022 г.

В окончательной редакции 7 июля 2022 г.

Принято к публикации 18 июля 2022 г.

Исследована механическая прочность кремниевых пластин толщиной 100 мкм. Нагружение пластин проводилось методом „кольцо-в-кольцо“, величина напряжений и прогиба под малым кольцом определялась путем конечно-элементного моделирования. Справедливость расчетной модели проверялась по сравнению зависимостей прогиба под малым кольцом от нагрузки, полученных в эксперименте и при моделировании. Показана зависимость прочности от способов получения и обработки пластин, а также ее связь с характеристиками шероховатости поверхности.

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

DOI: 10.21883/PJTF.2022.17.53284.19244

Пластины полупроводникового кремния в силу ряда физических, технологических и экономических причин становятся все тоньше, во многих приборах силовой электроники, солнечной энергетики их толщина не превышает 100 мкм. В таких тонких пластинах проблема механической прочности вызывает повышенный интерес. При оценке прочности пластин в качестве способа нагружения обычно используют трех- или четырехточечный одноосный изгиб полосок [1–3], биаксиальный (осесимметричный) изгиб [4–6], резе индентирование [7] и гидростатическое давление [8]. Расчет прочности проводится либо по формулам классической теории упругости в соответствии со стандартом ASTM C 1161-02c для случая одноосного изгиба или ASTM C 1499-15 для осесимметричного изгиба [2,3], либо методом конечных элементов (finite element method) [1,4–6]. Недостатком методов трех- или четырехточечного изгиба является то, что разрушение пластины вызывается концентраторами напряжений на краях пластины. В последнее время все большее распространение получает метод измерения прочности тонких пластин кремния биаксиальным изгибом с кольцевыми опорой и нагружающим наконечником, называемый обычно „кольцо-в-кольцо“. При этом края пластины, являющиеся концентраторами напряжений, выступают за большое кольцо, оказываются слабо нагруженными и не влияют на зарождение трещины, приводящей к разрушению. В настоящей работе подобная методика использована при испытаниях тонких пластин кремния малого диаметра и толщины. В работе определена прочность и предпринята попытка связать величину прочности со способом получения и обработки поверхности пластин.

Все образцы для испытаний были изготовлены из монокристаллического кремния, но различались спосо-

бом выращивания кристаллов, легированием, а также видом обработки поверхности пластин при их утонении. Для изготовления образцов были использованы пластины монокристаллического кремния, полученные тремя различными способами (табл. 1).

Образцы первого типа представляли собой стандартные подложки для эпитаксии *p*-типа проводимости, выращенные методом Чохральского, легированные бором до уровня $N_A = (5-10) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$, с удельным сопротивлением $\sim 5-10 \text{ м}\Omega \cdot \text{см}$, ориентацией (100), диаметром 100 мм и толщиной 420 мкм. Утонение подложки производилось шлифовкой свободным абразивом с размером зерна основной фракции 14 мкм до толщины 200 мкм, затем алмазными пастами с зерном 3–5 мкм до толщины 130 мкм, алмазной пастой с зерном 1 мкм до толщины 110 мкм и финишной химико-механической полировкой (ХМП) до конечной толщины 100 мкм.

Образцы второго типа представляли собой эпитаксиальный кремний, полученный путем последовательного наращивания слоев *p*- и *n*-типа проводимости толщиной по 50 мкм на монокристаллических подложках Si. Уровень легирования эпитаксиальных слоев *p*-типа проводимости акцепторной примесью (бор) и слоев *n*-типа проводимости донорной примесью (фосфор) составлял $\sim 2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$. Далее пластины утонялись до толщины 100 мкм путем полного удаления подложки методами шлифовки, полировки и финишной ХМП.

Образцы третьего типа („солнечный“ кремний) были получены методом Чохральского, обладали электронным типом проводимости и были легированы фосфором до уровня $N_D = 1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ (удельное сопротивление $5 \Omega \cdot \text{см}$). Исходные пластины такого кремния имели форму „псевдоквадратов“ со стороной 125 мм, толщину 180 мкм и ориентацию (100). Из исходных псевдоквад-

Таблица 1. Характеристики пластин и прочность кремния

Тип пластин Si	Финишная обработка	Прочность, МПа
<i>p</i> -Si (100) (метод Чохральского)	ХМП	1010 ± 456
<i>p/n</i> -Si (100) (эпитаксия)	ХМП	754 ± 506
<i>n</i> -Si (100) (метод Чохральского)	Алмазная полировка	152 ± 59
	Шлифовка порошком SiC M7	144 ± 33
	Шлифовка порошком SiC M14	127 ± 13

ратов вырезались пластины диаметром 100 mm и затем с каждой стороны пластин удалялись слои примерно по 40 μm до достижения конечной толщины 100 μm . Для шлифовки использовался шлифовальный порошок SiC с размером зерна основной фракции 14 и 7 μm .

Шлифовка образцов и полировка алмазными пастами осуществлялись в АО „ПК „ФИД-Техника“ на оборудовании производства компании „Peter Wolters GmbH“. Шлифовка пластин проводилась с использованием стеклянных шлифовальных кругов диаметром 500 mm при скорости их осевого вращения 18–20 min^{-1} и скорости вращения пластин $\sim 10 \text{ min}^{-1}$. Прижимное давление на пластины при шлифовке составляло $\sim 50 \text{ g/cm}^2$. Полировка пластин проводилась с применением суспензии на основе алмазных частиц с размером в пределах 3–5 μm . Суспензия приготавливалась путем введения одной весовой части алмазного порошка АСМ 5/3 на 50 частей смеси из равного количества синтанола и глицерина. Полировка осуществлялась на полировальных станках „Unipol-1202“ с использованием полировальных кругов „Simba-N“ производства „MetCata GmbH“ диаметром 300 mm. Скорости вращения полировальника и пластины при полировке составляли соответственно около 100 и 20 min^{-1} , величина удельного давления на обрабатываемую пластину имела значение 80–100 g/cm^2 . Для ХМП использовалась полирующая суспензия пирогенного диоксида кремния в КОН или этилендиамина с рН в пределах 10–12. ХМП проводилась на станках „Unipol-1202“ с полировальными кругами „Simba-N“ при скорости вращения полировальника порядка 200 min^{-1} и удельном давлении 250–350 g/cm^2 . Во время первой стадии полировки применялась суспензия наночастиц диоксида кремния размером 10–40 nm в количестве 10–20 wt.% и обеспечивался финишный съем слоя материала толщиной порядка 25–30 μm . Вторая стадия проводилась с применением наночастиц аморфного SiO₂ размером 7 nm. Скорость вращения полировальника и величина удельного давления снижались до $\sim 80 \text{ min}^{-1}$ и $\sim 100 \text{ g/cm}^2$ соответственно. Использование двухстадийной финишной полировки приводило к существенному снижению скорости удаления материала пластины на второй стадии и обеспечивало достижение наиболее гладкой поверхности кремниевых пластин. Толщина удаляемого слоя кремния на второй стадии финишной полировки обычно не превышала 3–5 μm .

Для прочностных испытаний из утоненных пластин были вырезаны образцы в форме дисков диаметром 11.8 mm. Использовалась импульсная лазерная резка волоконным лазером „МиниМаркер 2“ с длиной волны 1.06 μm в режиме абляции. 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 порядка 10 μm .

Измерения толщины пластин диаметром 100 mm и дисков диаметром 11.8 mm проводились с точностью не хуже 1 μm , что обеспечивалось применением цифрового преобразователя линейных перемещений со штоком ЛИР-19А, устройства цифровой индикации ЛИР-500А и измерительной оптической стойки С-III М со столиком. Толщина кремниевых дисков диаметром 100 mm после утонения составляла 100 ± 5 μm . Диски диаметром 11.8 mm вырезались из наиболее ровной по толщине центральной части утоненных пластин. Разнотолщинность отдельных дисков в пределах их диаметра 11.8 mm не превышала значения в 1 μm , разброс средней толщины дисков диаметром 11.8 mm между собой в отобранных для измерений группах составлял ±2 μm .

Определение прочности пластин проводилось на универсальной испытательной машине „Instron 1342“ с использованием оригинальной оснастки осесимметричного изгиба, разработанной в ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Для тестирования прочности образцов был изготовлен комплект опорных и нагружающих колец диаметром $2b = 8.4 \text{ mm}$ и $2a = 4.4 \text{ mm}$ соответственно. 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. от прогиба пластины под нагружающим кольцом. Для образцов второго типа растяжению подвергалась сторона после ХМП. Напряжения в пластине рассчитывались с использованием метода конечных элементов (МКЭ). Расчеты выполнялись в пакете „Comsol Multiphysics“. Рассматривалась осесимметричная модель пластины с применением прямоугольных конечных элементов с характерным размером ячейки, примерно в 4 раза меньшим толщины пластины. В качестве граничных условий задавались отсутствие перемещений по периметру соприкосновения опорного кольца. Поскольку непосредственное экспери-

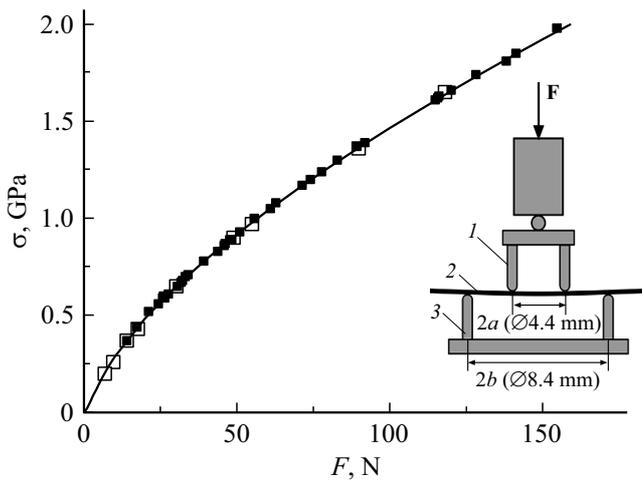


Рис. 1. Зависимость максимальных растягивающих напряжений в образце от приложенной нагрузки, рассчитанная по МКЭ. Символами показаны значения прочности образцов эпитаксиального (светлые квадраты) и выращенного методом Чохральского (темные квадраты) кремния после финишной ХМП. На вставке представлена схема нагружения: 1 — нагружающее кольцо, 2 — образец, 3 — опорное кольцо.

ментальное определение напряжений является сложной задачей,¹ а перемещение под малым кольцом $w(a)$ дает испытательная машина, достоверность выбранной модели контролировалась путем сравнения экспериментальной зависимости прогиба пластины $w(a)$ от нагрузки F с получаемой по МКЭ. Зависимость от нагрузки максимальных напряжений в пластине, которыми являются радиальные напряжения под кольцом малого радиуса, а также схема нагружения приведены на рис. 1. Характеристики материала образцов и их механическая прочность, за которую принималась величина расчетного значения напряжений в момент разрушения, приведены в табл. 1. Среднее значение прочности и величина его среднеквадратичного отклонения рассчитывались по данным 10–30 однотипных испытаний.

Наименьшее значение прочности показали образцы солнечного кремния, которые обрабатывались только шлифовкой свободным абразивом с размером зерна основной фракции 14 и 7 μm (127 и 144 МПа). Несколько большую прочность имели образцы после полировки алмазной пастой (152 МПа). Но все они значительно уступали в прочности образцам после ХМП. Способ получения кремния (эпитаксиальный или выращивание по методу Чохральского) оказывает влияние на прочность. Образцы из кристаллов Чохральского p -типа после двухстадийной ХМП имели прочность ~ 1 ГПа. Для эпитаксиально выращенных слоев кремния пластины после двухстадийной полировки имели среднюю прочность 0.75 ГПа. Результаты для образцов после

¹ В работе [6] обсуждены возможности определения напряжений рентгеновским методом.

механической обработки близки к известным литературным данным [1–5]. Образцы после описанной выше двухступенчатой ХМП имели большую прочность по сравнению с приведенной в работах [4,5] для образцов после обычной одноступенчатой химической полировки, что свидетельствует о возможности кремния противостоять высоким нагрузкам.

Для анализа разброса величины прочности кремния, как и для других хрупких материалов, принято использовать распределение Вейбулла $P(\sigma)$, которое имеет следующий вид:

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

где параметры 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, наклон которой равен m , а по второму параметру можно рассчитать σ_0 . На рис. 2 приведены подобные зависимости для образцов p -типа проводимости, выращенных методом Чохральского, и эпитаксиального кремния, прошедших ХМП. Проведенные по экспериментальным точкам прямые имеют существенно различающийся наклон ($m = 1.41$ и 2.28) и смещены по оси напряжений ($\sigma_0 = 0.76$ и 1.11 ГПа соответственно), что свидетельствует о разной величине прочности и сильно различающейся ширине распределения. Малая величина m , очевидно, связана с малыми размерами образцов, для которых незначительные отклонения в условиях нагружения могут привести к большим колебаниям прочности.

Для установления связи прочности с характеристиками профиля поверхности были проведены измерения

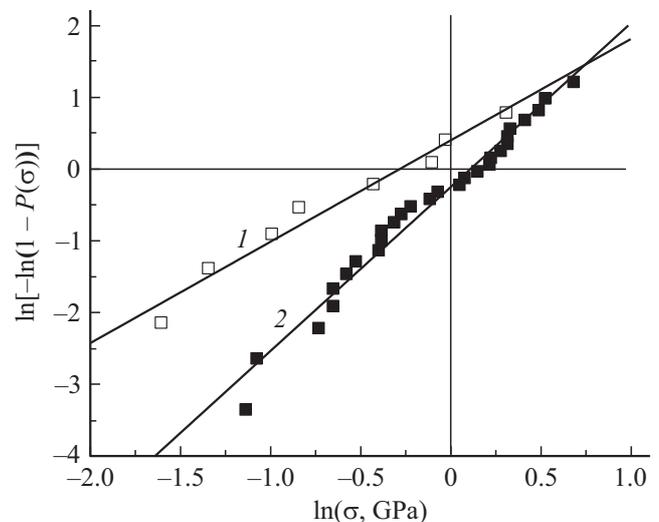


Рис. 2. Распределения Вейбулла для прочности эпитаксиального (1) и выращенного методом Чохральского (2) кремния после финишной ХМП.

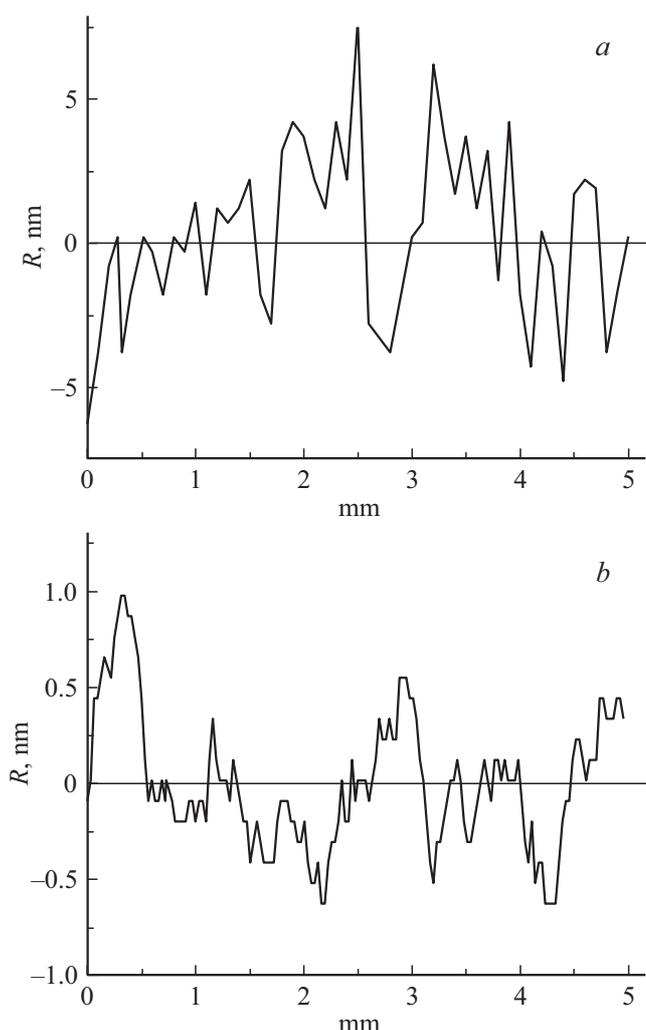


Рис. 3. Высота неровностей рельефа поверхности, измеренная вдоль линии, для пластин кремния после алмазной полировки (а) и после ХМП (б).

высоты неровностей на поверхности образцов вдоль базовой линии. Профилометрия поверхности образцов осуществлялась с использованием стилусного профилометра AlphaStep D120 производства KLA-Tencor Corp. На рис. 3 приведены данные для образцов после механической полировки алмазным порошком и после ХМП. Шероховатость поверхности оценивалась по среднему значению абсолютных величин высоты шероховатости R_a , разности между максимальным и минимальным значениями высоты $R = R_{\max} - R_{\min}$, высоте неровностей профиля по десяти точкам (пять наибольших и пять наименьших) R_z , среднеквадратичным отклонениям измеренных значений высоты R_q . Как видно из табл. 2, ХМП значительно снижает высоту и разброс неровностей поверхности, что значительно повышает прочность.

Основное влияние на прочность тонких и сверхтонких пластин оказывают способы и режимы их механической и химико-механической обработки при утонении, причем для достижения максимальной прочности решаю-

Таблица 2. Характеристики шероховатости (в nm) поверхности пластин кремния (метод Чохральского), измеренные вдоль базовой линии

Характеристика шероховатости	Алмазная полировка АСМ 5/3	ХМП
R_a	2.41	0.26
$R_{\max} - R_{\min}$	13.42	1.61
R_z	9.91	1.54
R_q	3.11	0.35

щим фактором является выбор оптимальных условий финишной химико-механической полировки, обеспечивающих получение гладких поверхностей с минимальным уровнем шероховатости. Реализация таких условий возможна при использовании двухстадийной ХМП с „финишной доводкой“, минимизирующей механическую составляющую процесса смена материала. Финишная полировка со слабым механическим воздействием и выраженной составляющей химического процесса удаления материала сглаживает неровности поверхности и приводит к значительному увеличению прочности.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] F. Kaule, B. Köhler, J. Hirsch, S. Schoenfelder, D. Lausch, *Solar Energy Mater. Solar Cells*, **185**, 511 (2018). DOI: 10.1016/j.solmat.2018.05.057
- [2] 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
- [3] J.-H. Woo, Y.-Ch. Kim, S.-H. Kim, J. Jang, H.N. Han, K.J. Choi, I. Kim, J.-Y. Kim, *Scripta Mater.*, **140**, 1 (2017). DOI: 10.1016/j.scriptamat.2017.06.047
- [4] 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
- [5] V.A. Popovich, W. Geerstma, M. Janssen, I.J. Bennett, I.M. Richardson, in *EPD Congress 2015*, ed. by J. Yurko, A. Allanore, L. Bartlett, J. Lee, L. Zhang, G. Tranell, Yu. Meteleva-Fischer, S. Ikhmayies, A.S. Budiman, P. Tripathy, G. Fredrickson (The Minerals, Metals & Materials Society, 2015), p. 241. DOI: 10.1002/9781119093503.ch28
- [6] В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, А.О. Поздняков, А.В. Бобыль, Р.Б. Тимашов, А.И. Аверкин, С.Е. Никитин, О.И. Коньков, Г.Г. Шелопин, Е.И. Теруков, А.В. Нашекин, *ЖТФ*, **90** (7), 1168 (2020). DOI: 10.21883/JTF.2020.07.49452.380-19 [V.V. Shpeizman, V.I. Nikolaev, A.O. Pozdnyakov, A.V. Bobyl', R.B. Timashov, A.I. Averkin, S.E. Nikitin, O.I. Kon'kov, G.G. Shelopin, E.I. Terukov, A.V. Nashchekin, *Tech. Phys.*, **65**, 1123 (2020). DOI: 10.1134/S1063784220070191].

- [7] G. Rozgonyi, K. Youssef, P. Kulshreshtha, M. Shi, E. Good, *Solid State Phenom.*, **178-179**, 79 (2011).
DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.178-179.79
- [8] A.M. Gabor, R. Janoch, A. Anselmo, J.L. Lincoln, H. Seigneur, Ch. Honeker, in *2016 IEEE 43rd Photovoltaic Specialists Conf. (PVSC)* (IEEE, 2016), p. 3574.