

单晶硅片磨削损伤的透射电子显微分析*

张银霞^{1,†} 郜伟¹ 康仁科² 郭东明²

(1 郑州大学机械工程学院, 郑州 450001)

(2 大连理工大学精密与特种加工教育部重点实验室, 大连 116024)

摘要: 为了揭示硅片自旋转磨削加工表面层损伤机理, 采用透射电子显微镜对硅片磨削表面层损伤特性进行了分析. 结果表明: 粗磨 Si 片的损伤层中有大量微裂纹和高密度位错; 半精磨和精磨 Si 片的损伤层中除了微裂纹和位错外, 还存在非晶硅和多晶硅(Si-I 相和 Si-III 相). 从粗磨到半精磨, Si 片的非晶层厚度从约 0nm 增大到约 110nm; 从半精磨到精磨, Si 片的非晶层厚度由约 110nm 减小至约 30nm, 且非晶层厚度的分布均匀性提高. 从粗磨到精磨, Si 片损伤深度、微裂纹深度及位错滑移深度逐渐减小, 材料的去除方式由脆性断裂方式逐渐向塑性方式过渡.

关键词: 单晶硅片; 磨削; 损伤; TEM 分析

PACC: 8140

中图分类号: TN305.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2008)08-1552-05

1 引言

单晶硅片是集成电路(IC)制造过程中最常用的衬底材料, 从 Si 单晶锭到单晶 Si 片需要一系列的机械和化学加工过程, 如切、磨、抛等. 随着 Si 片尺寸的增大, 超精密磨削成为最有发展前景的大尺寸 Si 片高效超精密加工技术. 其中, 具有高效率、高精度、低损伤等优点的 Si 片自旋转磨削技术正逐步成为抛光 Si 片和图形 Si 片背面减薄的主流加工技术^[1~3]. 然而, 磨削加工会不可避免地给 Si 片带来表面层损伤, 该损伤会影响后续抛光工序的抛光时间和 Si 片的加工效率, 因此需要减小磨削损伤. 为了减小 Si 片磨削损伤就需要研究其损伤机理, 但目前有关 Si 片磨削损伤机理的研究还很不完善. 因此, 需要通过对 Si 片磨削损伤进行检测、分析与评价来进一步研究其损伤机理, 从而为最终实现 Si 片的高效率、高精度、无损伤、超光滑表面的加工提供指导.

由于 Si 片超精密加工表面损伤深度较小且脆性单晶硅的断裂韧性低, 容易发生微断裂, 使得很多常规的检测技术不适用于 Si 片超精密加工表面层损伤的研究. 目前可以用于 Si 片表面层损伤的检测方法主要有: 择优蚀刻法、角度抛光法、截面显微镜测法、激光散射分析、显微喇曼光谱分析等^[4]. 其中, 截面透射电子显微分析(transmission electron microscope, TEM)可以分辨出非晶层、多晶层、微裂纹、位错和层错等缺陷的微观结构信息^[5,6], 该信息对研究 Si 片的损伤机理具有极为重要的意义. 因此, 本文采用 TEM 分析法研究了 Si 片自旋转磨削时粗磨、半精磨和精磨 Si 片表面层的损伤特性, 该研究结果不仅有助于研究 Si 片磨削损伤机理, 同时也为 Si 片的磨削工艺参数选择及其延性域磨削提供

了具体的参考数据. 另外, 本文还提供了 TEM 分析样品的制备方法.

2 实验方案

2.1 磨削实验

Si 片的磨削加工以 VG401MK II 型超精密磨床为实验平台, 磨削时 Si 片和砂轮同时转动, 砂轮主轴有一个轴向进给^[7]. Si 片超精密磨削工艺通常分为粗磨(# 325 砂轮)、半精磨(# 600 砂轮)和精磨(# 2000 和 # 3000 砂轮), 粗磨用来快速去除大部分加工余量并使 Si 片达到一定的表面平整度; 然后通过半精磨来去除部分加工余量并减小 Si 片表面层损伤深度; 最后用精磨来去除剩余加工余量及半精磨后的表面层损伤, 保证磨削后 Si 片的亚表面损伤深度较小, 从而减少后续抛光工序的抛光时间.

磨削采用的砂轮是日本 Asahi 公司生产的树脂结合剂杯型金刚石砂轮, 采用的 Si 片为 $\phi 200\text{mm}$ 的 Czochralski 法生长的(100)单晶 Si 片, 该 Si 片是经过腐蚀的研磨 Si 片, 其表面无损伤. 粗磨、半精磨和精磨时 Si 片的去除厚度分别为 200, 100 和 $50\mu\text{m}$, 磨削实验参数如表 1 所示.

表 1 磨削实验参数

Table 1 Grinding experiment parameters

序号	砂轮型号	砂轮转速 n_s /(r/min)	工作台转速 n_w /(r/min)	进给率 f /($\mu\text{m}/\text{min}$)
1	# 325	2200	160	20
2	# 600	2000	120	10
3	# 2000	2000	200	5
4	# 3000	2300	100	5

* 国家自然科学基金资助项目(批准号: 50390061)

† 通信作者. Email: zhangyinxia@zzu.edu.cn

2008-01-22 收到, 2008-04-07 定稿

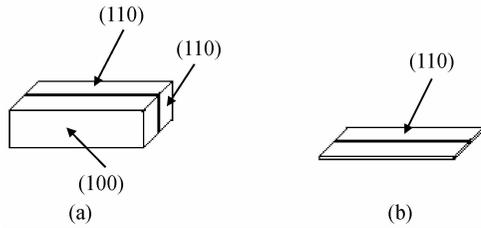


图 1 剖视样品制备示意图 (a) 研磨、抛光前; (b) 研磨、抛光后
Fig.1 Schematic illustrations of cross sectional TEM sample preparation (a) Before lapping and polishing; (b) After lapping and polishing

2.2 TEM 试样制备及检测

用于 TEM 观察的试样要求对入射电子束是透明的, 因此薄试样的制备是必不可少的, TEM 分析结果在相当程度上依赖于试样制备的质量^[5,6,8]. 由于 Si 晶体是硬脆材料, TEM 试样的制备非常困难, 经过大量实验得出成功制备 Si 片剖视 TEM 试样的步骤如下:

(1) 把磨削加工后的 (100) Si 片沿其 [110] 解理方向解理成 6mm × 2mm 的长方形小片, 将两个样品的观测面用 M-bond 610 胶粘结为如图 1(a) 所示的小块; (2) 将小块的其中一个剖面用热溶胶粘到样品台上, 对另一剖面进行研磨、抛光至 600 μm 左右; (3) 对另一剖面进行研磨、抛光至试样厚度约为 15 μm, 如图 1(b) 所示; (4) 将试样粘接到 φ3mm 的金属补强环上, 然后用 PIPS 691 型精密离子减薄仪进行减薄至获得透光薄区.

制备平视 TEM 试样时, 先将 Si 片沿 [110] 方向解理成大小约为 4mm × 4mm 的正方形小片, 将观测面粘结到样品台上, 然后对试样背面进行研磨、抛光至 25 μm 左右. 将抛光好的试样粘接在金属补强环上, 然后从观测面的背面进行离子减薄直至电子透明.

试样分析采用的是 Tecnai G² 20 S-Twin 型 TEM, 其加速电压为 200kV, 点分辨率为 0.24nm, 线分辨率为 0.14nm, 放大倍数为 25~100 万倍. 对 Si 片试样进行了 TEM 图像、高分辨 TEM 图像和选区电子衍射分析. 另外, 采用角度抛光法、分步蚀刻法对粗磨、半精磨和精磨 Si 片的损伤深度进行了检测.

3 结果与讨论

3.1 粗磨 Si 片的 TEM 分析

图 2 是粗磨 Si 片表面层损伤的剖视 TEM 图像, 从图 2(a) 中可以看到 Si 片表面破碎非常严重, 有大量的微裂纹存在. 图 2(b) 中有微裂纹、大量的高密度位错及面缺陷, 位错有两个滑移方向 (见图 2(c)). 图 3(a) 和 (b) 分别为剖视样品沿 [211] 晶带轴和平视样品沿 [111] 晶带轴的选区电子衍射花样 (selected area diffraction pattern, SADP), 衍射花样中没有非晶晕环, 只存在金刚石结构的单晶硅 Si-I 相的衍射花样. 这表明粗磨过程中单晶 Si 没有发生明显的非晶、多晶相变. 采用角度抛

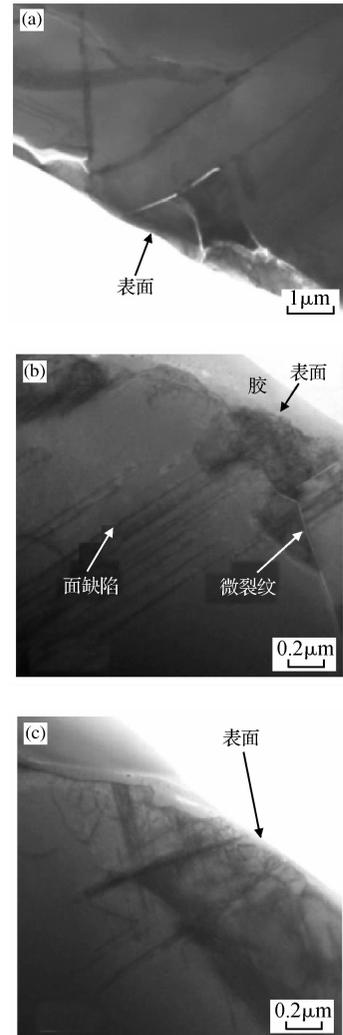


图 2 粗磨 Si 片的剖视 TEM 图像 (a) 微裂纹; (b) 微裂纹、面缺陷; (c) 两个位错滑移方向
Fig.2 Cross-sectional TEM images of rough ground wafer (a) Microcracks; (b) Microcracks, planar defects; (c) Two dislocation glide directions

光法测得粗磨 Si 片的损伤深度为 17 μm.

3.2 半精磨 Si 片的 TEM 分析

图 4 是半精磨 Si 片的剖视 TEM 图像, Si 片近表面处的 SADP 中的非晶晕环 (见图 4(b)) 表明 Si 片的表面

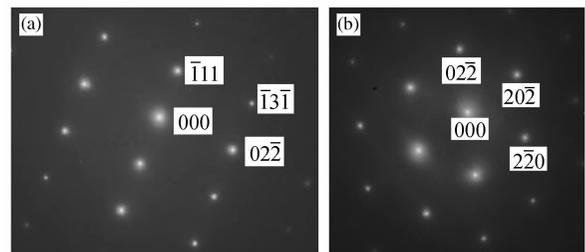


图 3 粗磨 Si 片表面层的选区电子衍射花样 (a) 剖视试样的衍射花样; (b) 平视试样的衍射花样
Fig.3 SADP of the surface region of rough ground wafer (a) SADP of cross sectional sample; (b) SADP of planar sample

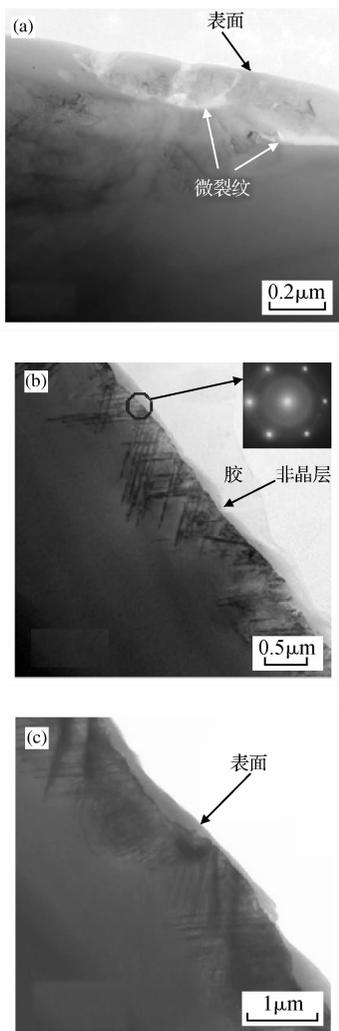


图 4 半精磨 Si 片的剖视 TEM 图像 (a)微裂纹;(b)非晶层,两个位错滑移方向;(c)磨痕下方位错密度增大

Fig.4 Cross-sectional TEM images of semi-fine ground wafer (a) Microcracks; (b) Amorphous layer, two dislocation glide directions; (c) Dislocation density increases beneath grinding marks

有一层非晶硅(a-Si相),称为非晶层.Si片表面层损伤形式有微裂纹、非晶层、高密度位错和面缺陷,其中位错有两个滑移方向,最大位错滑移深度约为 $1.2\mu\text{m}$.非晶层厚度约为 110nm ,且非晶层厚度分布不均匀.磨痕下方的损伤相对比较严重,位错密度较大,非晶层厚度较大,如图4(c)所示.图5是半精磨Si片近表面处的SADP,经过标定可知图5(a)和(b)分别为Si-I相沿 $[110]$ 晶带轴和Si-III相沿 $[111]$ 晶带轴入射的衍射花样.这表明磨削表面发生了相变,产生了体心立方结构的Si-III相.采用角度抛光法测得半精磨Si片的损伤深度为 $4\mu\text{m}$.

3.3 精磨 Si 片的 TEM 分析

图6是精磨(#2000砂轮)Si片的剖视TEM图像,从中可以看到Si片表面有约 40nm 厚的非晶层,与半精磨Si片表面的非晶层相比,精磨Si片表面的非晶层厚度较小且分布相对比较均匀.非晶层下有较浅的位错

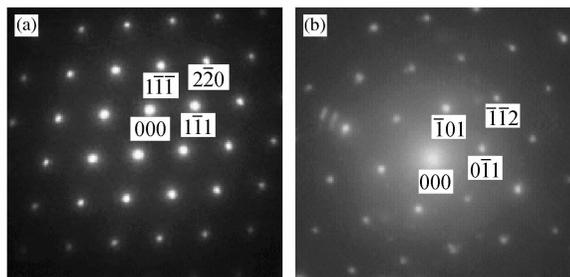


图 5 半精磨 Si 片近表面处的 Si-I 相沿 $[110]$ 晶带轴(a)和 Si-III 相沿 $[111]$ 晶带轴(b)的衍射花样

Fig.5 SADP of the near surface region in semi-fine ground wafer of the SADPS of Si-I phase along $[110]$ zone axis (a) and Si-III phase along $[111]$ zone axis (b)

层,最大位错滑移深度约为 160nm ,存在两个位错滑移方向.从图6(b)中可知非晶层下有多晶硅存在,图6(c)

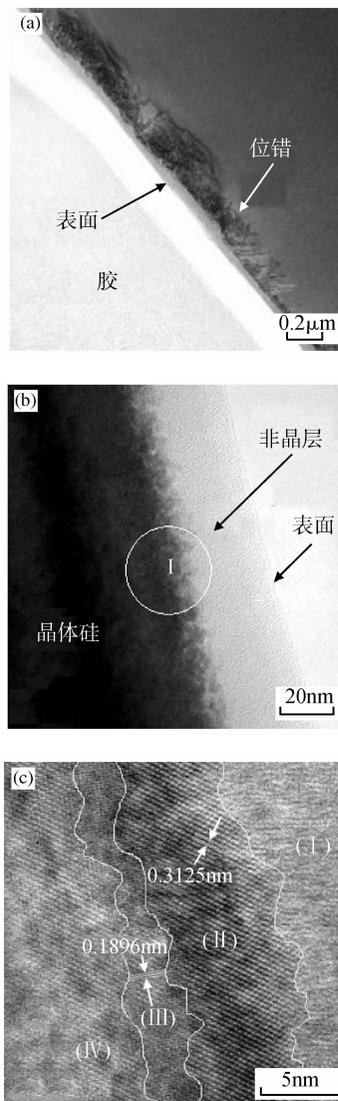


图 6 精磨(#2000砂轮)Si片的剖视TEM图像 (a)非晶层、位错;(b)非晶层、多晶硅;(c)(b)中I处的HRTEM图像

Fig.6 Cross-sectional TEM images of fine ground wafer (#2000 grinding wheel) (a) Amorphous layer, dislocations; (b) Amorphous layer, polycrystalline silicon; (c) HRTEM image of position I in (b)

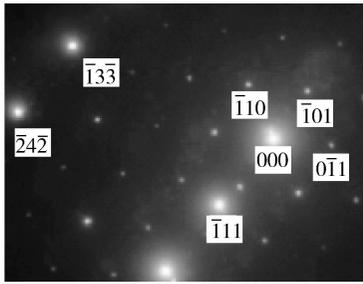


图7 精磨(#2000 砂轮)Si片表面层的 SADP

Fig.7 SADP of the near surface region in fine ground wafer (#2000 grinding wheel)

是图6(b)中I处非晶Si和晶体Si交界处的高分辨TEM(HRTEM)图像,从中可以清楚地看到无衬度的非晶区域和晶体部分的晶格条纹像,非晶Si和晶体Si的分界线很粗糙,部分晶体颗粒存在于非晶介质中.图6(c)中所标注的(I)处是 α -Si相,(II),(III)和(IV)处是Si-I相, Si-I相的(111)面间距是0.3125nm,而(III)处由于应力作用使得晶体Si-I相的(110)面间距由0.192nm减小至0.1896nm.

多晶层局部区域的电子衍射花样如图7所示,经过标定可知^[9],多晶层中除了Si-I相之外,还存在Si-III相,图7中强点是Si-I相的衍射点,弱点是Si-III相的衍射点,且它们有一定的取向关系: $[321]_{\text{Si-I}} // [111]_{\text{Si-III}}, (\bar{1}11)_{\text{Si-I}} // (\bar{1}01)_{\text{Si-III}}$.

图8是精磨(#3000 砂轮)Si片的剖视TEM图像,表明Si片表面有一层厚度约为30nm且分布较均匀的非晶层,晶体与非晶体的交界线不太光滑,亚表面也有位错和层错存在,存在一个位错滑移方向,最大位错滑移深度为140nm左右.采用分步蚀刻法测得精磨(#2000 砂轮)Si片和精磨(#3000 砂轮)Si片的损伤深度分别为1.4和0.8 μm .

3.4 分析讨论

磨削条件不同,磨粒的尺寸和形状不同,使得磨削压力和磨削深度也有所不同,从而导致Si片磨削表面层损伤的微观结构不同,粗磨Si片的损伤层中有大量

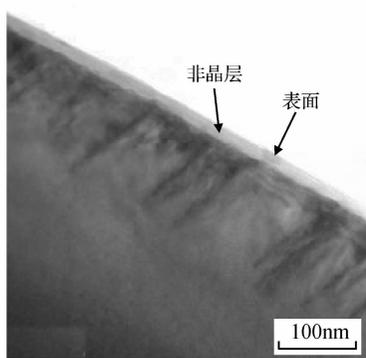


图8 精磨(#3000 砂轮)Si片的剖视TEM图像

Fig.8 Cross-sectional TEM image of fine ground wafer (#3000 grinding wheel)

微裂纹和高密度位错,其表面不存在金属延性特征的塑性变形区域^[7],Si片表面也没有明显的非晶和多晶相变,材料以脆性断裂方式去除.

半精磨和精磨Si片的损伤层中除了微裂纹和位错外,还存在非晶硅(α -Si相)和多晶硅(Si-I相和Si-III相).Domnich等人^[10]指出,无论Si-I相变产生何种结构(Si-XII相、Si-III相或 α -Si相),均必须经过Si-I相向Si-II相的转变.Si-II相在卸载后可转变Si-III相、Si-XII相和 α -Si相.由此可知, Si片磨削过程中磨削力使得Si-I相发生了高压金属相变(Si-II相),Si-II相是具有金属延性特征的高压相,容易被硬磨粒去除而不损伤下面的Si晶体,这有利于改善单晶Si的切削加工性能^[11],使得部分材料实现了塑性去除,半精磨时材料以脆性方式去除为主,精磨时材料以塑性方式去除为主.总之,从粗磨到精磨,随着磨粒尺寸的减小,材料的去除方式由脆性断裂方式逐渐向塑性方式过渡.

从粗磨到精磨, Si片损伤层的最大位错滑移深度逐渐减小, Si片损伤深度从17 μm 逐渐减小至0.8 μm ;从粗磨向半精磨过渡时, Si片的非晶层厚度从约0增大到约110nm;从半精磨向精磨过渡时, Si片的非晶层厚度由约110nm减小至约30nm,且非晶层厚度分布变得均匀.由于TEM检测分析单晶Si的相变比较困难,难以对Si片磨削表面的非晶和多晶相变进行全面的分析,因此本文作者采用显微喇曼光谱仪对Si片磨削表面相变进行了专门研究^[12].

4 结论

通过对不同磨削条件下Si片自旋转磨削表面层的TEM分析可知:

(1)粗磨Si片的损伤层中有大量微裂纹和高密度位错,没有明显的多晶Si和非晶Si出现,材料以脆性断裂方式去除.(2)半精磨和精磨Si片的损伤层中除了微裂纹和位错外,还存在非晶Si和多晶Si(Si-I相和Si-III相),磨削过程中Si-I相发生了高压金属相变(Si-II相),部分材料实现了塑性方式去除.(3)从粗磨到半精磨, Si片的非晶层厚度从约0nm增大到约110nm;从半精磨到精磨, Si片的非晶层厚度由约110nm减小至约30nm,且非晶层厚度的分布均匀性提高.(4)从粗磨到精磨, Si片损伤深度、微裂纹深度及位错滑移深度逐渐减小,材料的去除方式由脆性断裂方式逐渐向塑性方式过渡.

参考文献

- [1] Tonshoff H K, Schmieden W V, Inasaki I. Abrasive machining of silicon. *Annals of the CIRP*, 1990, 39(2): 621
- [2] Kang Renke, Tian Yebing, Guo Dongming, et al. Present status of research and application in ultra-precision grinding technology of large-scale silicon wafers. *Diamond & Abrasives Engineering*, 2003, 136(4): 13(in Chinese)[康仁科, 田业冰, 郭东明, 等. 大直径硅片超精密磨削技术的研究与应用现状. *金刚石与磨料磨具工程*, 2003, 136(4): 13]

- [3] Cao Z Q, Zhao J, Chen D X, et al. Theory and experiment on hydrodynamic suspension ultra-smooth machining for silicon wafers. *Optics and Precision Engineering*, 2007, 15(7):1084 (in Chinese) [曹志强, 赵继, 陈德祥, 等. 硅晶片的液流悬浮超光滑加工机理与实验. *光学精密工程*, 2007, 15(7):1084]
- [4] Zhang J M, Pei Z J, Sun J G. Measurement of subsurface damage in silicon wafers. 6th International Conference on Progress of Machining Technology, Xi'an, 2002:715
- [5] Puttick K E, Whitmore L C, Chao C L, et al. Transmission electron microscopy of nanomachined silicon crystals. *Philosophical Magazine*, 1994, 69(2):91
- [6] Takayudi S, Atsushi O, Kenfi K, et al. Cross section transmission electron microscope observation of diamond-turned single-crystal Si surfaces. *Appl Phys Lett*, 1994, 65(20):2553
- [7] Kang Renke, Zhang Yinxia, Guo Dongming, et al. Study on the surface and subsurface integrity of ground monocrystalline silicon wafers. *Key Engineering Materials*, 2005, 291/292:425
- [8] Tang Leijun, Pan Mengyu, Chen Yi, et al. A specimen preparation technique for TEM analysis of IC. *Journal of Electric Microscope*, 1995, 14(6):459 (in Chinese) [唐雷钧, 潘梦瑜, 陈一, 等. 集成电路 TEM 分析的制样技术. *电子显微学报*, 1995, 14(6):459]
- [9] Liu Wenxi, Huang Xiaoying, Chen Yuhe. *Electronic microscope analysis of material structure*. Tianjin: Tianjin University Press, 1989 (in Chinese) [刘文西, 黄孝瑛, 陈玉和. *材料结构电子显微分析*. 天津: 天津大学出版社, 1989]
- [10] Domnich V, Gogotsi Y G. *Handbook of surfaces and interfaces of materials*. New York: Academic Press, 2001
- [11] Roberts S G. *Fracture and brittle-ductile transition in Si, properties of crystalline silicon*. London: INSPEC, the Institution of Electrical Engineers, 1999
- [12] Zhang Yinxia, Kang Renke, Guo Dongming, et al. Raman microspectroscopy study on the ground surface of monocrystalline silicon wafers. *Key Engineering Materials*, 2006, 304/305:241

TEM Observation on the Ground Damage of Monocrystalline Silicon Wafers*

Zhang Yinxia^{1,†}, Gao Wei¹, Kang Renke², and Guo Dongming²

(1 School of Mechanical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

(2 Key Laboratory of Precision & Non-Traditional Machining of the Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: In order to understand the damage mechanism of the wafer rotation ground surface layer, this paper analyzes the ground damage characteristic with the aid of TEM. The results show that rough ground wafer surface layer damage is composed of a large quantity of microcracks and high density dislocations. Apart from the microcracks and dislocations, amorphous silicon and polycrystalline silicon (Si-I phase and Si-III phase) exist in the semi-fine and fine ground wafer surface layer damage. From rough grinding to semi-fine grinding, the amorphous layer depth increases from about 0 to about 110nm. From semi-fine grinding to fine grinding, the amorphous layer depth decreases from about 110 to about 30nm and the amorphous layer depth becomes uniform. From rough grinding to fine grinding, the subsurface damage depth, the depth of the microcracks, and the dislocation glide decrease gradually. From rough grinding to fine grinding, the material removal mode gradually changes from micro-fracture mode to ductile mode.

Key words: monocrystalline silicon wafers; grinding; damage; TEM observation

PACC: 8140

Article ID: 0253-4177(2008)08-1552-05

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 50390061)

† Corresponding author. Email: zhangyinxia@zzu.edu.cn

Received 22 January 2008, revised manuscript received 7 April 2008