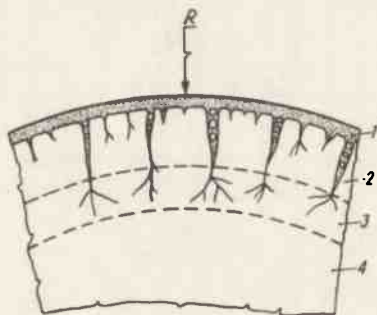


Badanie powierzchniowej warstwy uszkodzonej na płytkach monokrystalicznych krzemu

Wstęp

W trakcie obróbki mechanicznej płytek struktura krystaliczna krzemu na powierzchni płytki zostaje uszkodzona. Grubość tej zaburzonej warstwy zależy od wielu parametrów, których powtarzalność trudno jest osiągnąć. Stąd w literaturze wiele sprzecznych danych dotyczących głębokości powierzchniowej warstwy uszkodzonej. Różnice są spowodowane raczej stosowaniem różnych technologii niż różnymi zasadami pomiaru.

Warstwa uszkodzona ma skomplikowaną strukturę [1] ÷ [5]. Autorzy [1] przedstawiają tę warstwę w sposób pokazany na rys. 1. Powierzchnia płytki jest pokryta polikrystalicznym żwirem wymieszanym z ziarnami materiału ściernego (rys. 1.1). Niżej jest warstwa prawdopodobnie krystaliczna, ale pokruszona (rys. 1.2). Na skutek pęknięcia i wbijania się w powstałe szczeliny ziaren, objętość warstwy rośnie i to powoduje wygięcie płytki. Poniżej popękanej warstwy znajduje się jeszcze warstwa zdeformowana plastycznie (wygięta) (rys. 1.3.) W obszarze przejścia pomiędzy warstwą silnie uszkodzoną a podłożem autorzy obserwowali mikropęknięcia.

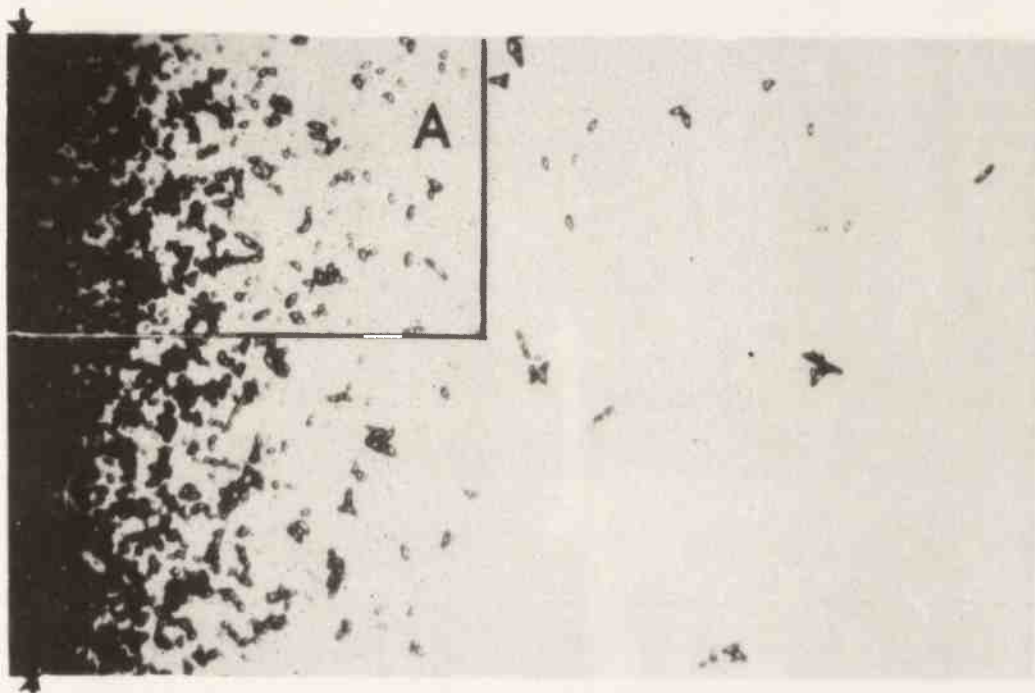


Rys. 1. Uproszczony szkic warstwy powierzchniowej na płytce po operacji szlifowania
1 – polikrystaliczny żwir, 2 – warstwa pokruszona, 3 – warstwa zdeformowana plastycznie z mikropęknięciami, 4 – materiał o nieuszkodzonej strukturze, R – promień krzywizny

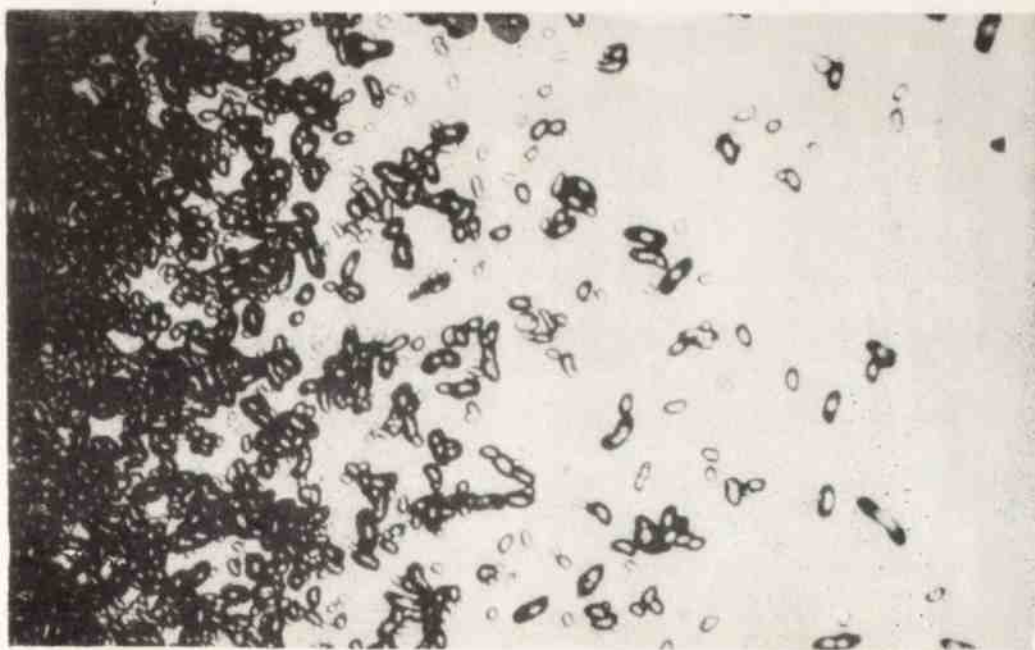
Do badań warstwy uszkodzonej stosuje się różne metody rentgenowskie, optyczne a także metodę trawienia.

Najwięcej informacji o strukturze sieci można uzyskać za pomocą metod dyfrakcji rentgenowskiej [1], [6] ÷ [8]. Są one nieniszczące, ale wymagają bardzo kosztownej aparatury.

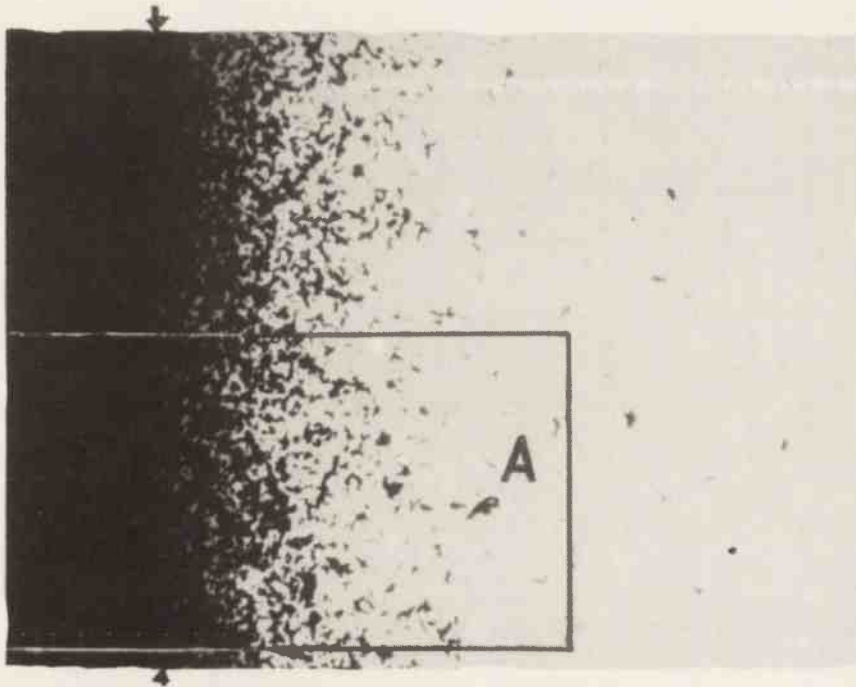
Metody optyczne [5], [9], [10] są dość szybkie i nie wymagają skomplikowanej aparatury. Obserwacje pod mikroskopem są na ogół poprzedzane lekkim chemicznym podtrawieniem. W metodzie trawienia [3], [11] ÷ [13] wykorzystano zależność szybkości trawienia od stopnia zdefektowania strawionego obszaru, przeto wymaga ona precyzyjnego określania grubości strawionej warstwy. Dokładnych przyrządów do pomiaru grubości strawionej warstwy wymagają także topograficzne metody rentgenowskie. Można co prawda przeprowadzić badania na szlifach skośnych, ale wykonanie odpowiedniego szlif o płaskiej, lustrzanej powierzchni i ostrej wyrażnie zaznaczo-



Rys. 2. Warstwa uszkodzona na płytce po operacji szlifowania
" - 56" (pow. 150x); strzałką zaznaczono: granica, powierzchnia płytki - szlif



Rys. 3. Fragment 4 z rys 2 (pow. 300x)



Rys. 4. Warstwa uszkodzona na płytce po operacji szlifowania 30' (pow. 75x); strzałka zaznaczono granica, powierzchnia płytki – szlif



Rys. 5. Fragment A z rys. 4 (pow. 150x)

nej krawędzi jest trudne. Poza tym ocena głębokości warstwy uszkodzonej ze zdjęcia otrzymanego na szlifie skośnym jest trudna również ze względu na brak punktu odniesienia pomiędzy topogramem, a profilem próbki.

Wysokie i stale rosnące wymagania dotyczące płytek krzemu zmuszają do dokładnej oceny głębokości powierzchniowej warstwy uszkodzonej.

Warstwę uszkodzoną usuwa się metodą trawienia chemicznego i jeżeli głębokość uszkodzenia nie jest dokładnie znana stawia się dla bezpieczeństwa grubą warstwę krzemu, co wiąże się z poważnymi stratami.

PRZEBIEG BADAŃ

W niniejszej pracy przeprowadzono ocenę głębokości warstwy uszkodzonej po operacjach cięcia i szlifowania metodą optyczną na szlifach skośnych. W takiej metodzie wymagania dotyczące szlifów nie musiały być tak surowe, jak w topograficznych metodach rentgenowskich.

Badania prowadzono na płytkach o średnicy 76 mm z monokryształów bezdyslokacyjnych. Badano płytki o rezystywności $2 \div 6 \Omega \cdot \text{cm}$ w typie n (domieszkowane fosforem) o orientacji $[111]$, oraz w typie p (domieszkowane borem) o orientacji $[100]$. Grubość płytek po operacji cięcia wynosiła $560 \div 570 \mu\text{m}$, a po operacji szlifowania $480 \div 490 \mu\text{m}$ (zeszlifowywano $80 \mu\text{m}$). Po operacjach cięcia i szlifowania mierzono wygięcie płytek czujnikiem Minicom o nacisku 13 g (dokładność czujnika do $1 \mu\text{m}$).

Cięcie płytek prowadzono na dwu typach maszyn TSK i Mayer-Burger. Szybkość cięcia regulowano zależnie od ilości płytek uciętych uprzednio daną tarczą. Używano tarcz metalowych z nasypem diamentowym wykonanym po wewnętrznej średnicy tarczy.

Szlifowanie płytek na szlifierce odbywało się z szybkością $20 \mu\text{m}/\text{min}$ w ten sposób, że obydwie powierzchnie były jednocześnie zeszlifowywane. Używano proszku szlifierskiego SiC o granulacji 500 (mesh).

Warstwę uszkodzoną sprawdzano na obydwu powierzchniach płytki w kilku miejscach. Było to istotne przede wszystkim dla płytek po operacji cięcia, ponieważ na jednej powierzchni płytki zostaje zawsze więcej śladów tarczy tnącej aniżeli na drugiej. Badaną płytkę dzielono na kilkanaście części i każdą część szlifowano pod kątem $15 \div 60^\circ$ na polerze laboratoryjnej MULTIPOL. Zastosowano tarczę ze szkła kwarcowego, która umożliwiała wykonanie szlifów o ostrych, wyraźnie zaznaczonych krawędziach nawet przy małych kątach nachylenia. Powierzchnie szlifów były dobrze wypolerowane z nielicznymi, przypadkowymi rysami. Do polerowania używano zawiesiny krzemionki w wodzie amoniakalnej o $\text{pH} = 10.9$. Czas, szybkość polerowania i nacisk na płytkę był zależny od wielkości kąta. Kąt nachylenia szlifów wyliczano na podstawie zapisu profilografu SURFCOM-3B. Przy prawidłowo wykonanych szlifach błąd określenia $\text{tg } \alpha$ był niewielki nawet dla małych kątów (dla kąta 20° wynosił ok. 5%).

W celu dokładnego ujawnienia warstwy uszkodzonej przeprowadzono podtrawianie szlifów w roztworze Sirtla o składzie: 2.5 g CrO_3 , 7.5 ml 50% HF, 12.5 ml H_2O dejonizowanej. Czas trawienia próbki wynosił ok. 15 s, szybkość trawienia $3 \div 4 \mu\text{m}/\text{min}$, a więc grubość strawionej warstwy nie miała liczącego się wpływu na wielkość błędów przy określaniu głębokości warstwy uszkodzonej. W przypadku dłuższego trawienia trzeba wprowadzać poprawki. Następnie przeglądano całą powierzchnię szlifów pod mikroskopem optycznym i mierzono szerokość warstwy uszkodzonej w kilkunastu punktach. Grubość warstwy uszkodzonej wyliczano wg wzoru $a = b \text{tg } \alpha$ (b - maksymalna szerokość warstwy uszkodzonej w mikrometrach). Wyniki umieszczono w tabl. 1-3.

Po operacji szlifowania średnie wartości warstwy uszkodzonej na przeciwległych powierzchniach płytek były jednakowe. Wygięcie płytek było spowodowane raczej trwałym kształtem płytki nadanym przez ułożenie się tarczy tnącej w monokryształ podczas cięcia, a nie warstwą uszkodzoną.

TABLICA 1. Grubość warstwy uszkodzonej dla płytek po operacji cięcia na pile Mayer-Burger

Nr płytki	Grubość warstwy uszkodzonej (μm)		Wygięcie płytki (μm)
	powierzchnia 1*	powierzchnia 2	
1	15 – 17	15 – 17	10
2	16 – 17	15 – 16	12
3	17 – 19	16 – 18	14
4	17 – 20	15 – 18	20
5	18 – 19	17 – 18	20
6	17 – 20	16 – 19	25
7	18 – 21	17 – 20	34
8	19 – 25	17 – 22	70

* Powierzchnia z większymi śladami cięcia

TABLICA 2. Grubość warstwy uszkodzonej dla płytek po operacji cięcia na pile TSK

Nr płytki	Grubość warstwy uszkodzonej (μm)		Wygięcie płytek (μm)
	powierzchnia 1*	powierzchnia 2	
1	18 – 21	17 – 19	20
2	19 – 22	18 – 21	25
3	20 – 23	19 – 22	36

* Powierzchnia z większymi śladami cięcia

TABLICA 3. Grubość warstwy uszkodzonej dla płytek po operacji szlifowania

Nr płytki	Grubość warstwy uszkodzonej (μm)		Wygięcie płytek (μm)
	powierzchnia 1	powierzchnia 2	
1	12 – 15	13 – 16	3
2	13 – 16	15 – 18	5
3	14 – 15	12 – 14	8
4	17 – 19	17 – 19	8
5	15 – 17	14 – 16	10

Dla sprawdzenia wyników pomiarów głębokości warstwy uszkodzonej po operacji cięcia wykonano pomiary na płytkach po usunięciu określonej grubości warstwy krzemu metodą trawienia chemicznego w mieszaninie HNO_3 – HF – CH_3COOH . Po strawieniu z grubości płytki 22÷26 μm obserwowano warstwę uszkodzoną do głębokości 3÷6 μm , natomiast po strawieniu 40÷43 μm nie obserwowano już warstwy uszkodzonej. Wygięcie płytek zmniejszyło się do wartości kilku mikrometrów.

Rozkład defektów na szlifie pokazano na zdjęciach fotograficznych (rys. 2-5). Na rysunkach 2 i 3 pokazano obraz warstwy uszkodzonej na szlifie o kącie nachylenia 56°; a na rys. 4 i 5 na szlifie o kącie nachylenia 30°.

PODSUMOWANIE

Grubość powierzchniowej warstwy uszkodzonej dla płytek po operacji cięcia mieściła się w granicach 15÷25 μm , zwiększaniu grubości tej warstwy towarzyszyło zwiększanie się wygięcia płytek (tabl. 1). Dla płytek z warstwą uszkodzoną 19÷25 μm wygięcie dochodziło do 70 μm .

Powierzchnie z większymi śladami cięcia miały większą warstwę uszkodzoną aniżeli powierzchnie przeciwległe. Stopień uszkodzeń przeciwległych powierzchni był bardziej zróżnicowany w przypadku płytek z dużym wygięciem.

Cięcie płytek na pile TSK prowadziło do nieco gorszych wyników niż cięcie na pile Mayer-Burger. Różnice w głębokości uszkodzenia dochodziły do 10%.

Grubość warstwy uszkodzonej dla płytek po operacji szlifowania mieściła się w przedziale 12÷19 μm .

Z powyższych badań wynika, że w celu usunięcia warstwy uszkodzonej, powstałej w procesie mechanicznej obróbki płytek w wyżej opisanych warunkach technologicznych, wystarczy strawić z grubości płytki po operacji cięcia 50÷60 μm (w przypadku pominięcia operacji szlifowania) lub 40÷50 μm po operacji szlifowania.

LITERATURA

1. Rózsa E., Stefániai V.: *Acta Technice Scientiarum Hungaricae* 68, 1970, 199
2. Stickler R., Faust J.W.: *Electrochem. Techn.* 4, 1966, 399
3. Faust J.W.: *Electrochem. Techn.* 2, 1964, 399
4. Faust J.W.: *Surface Science* 13, 1969, 60
5. Pugh E.N., Samuels L.E.: *J. Electrochem. Soc.* 111, 1964, 1431
6. Stickler R., Maieran E.S.: *Traus AIME* 242, 1968, 413
7. Saccocio E.J., Mckeown W.: *J. Appl. Phys.* 38, 1967, 2702
8. Dash C.V.: *J. Appl. Phys.* 29, 1958, 228
9. Wolfson R.G. i in.: *Int. J. Electronics* 21, 1966, 37
10. Mendel E.: *Solid - State Techn.* 10, 1967, 10
11. Mendel E., Jacobson H.R.: *Semicond. Prod.* 8, 1965, 38
12. Buck F.M., Mckim F.S.: *J. Electrochem. Soc.* 103, 1957, 539
13. Gatos H.C. i in.: *J. Electrochem. Soc.* 108, 1961, 645