

文章编号 1004-924X(2008)08-1440-06

单晶硅片磨削的表面相变

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, 河南 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, 辽宁 大连 116024)

摘要:为揭示硅片自旋转磨削加工过程中材料的去除机理,采用显微拉曼光谱仪研究了硅片磨削表面的相变。结果表明:半精磨和精磨硅片表面存在 α -Si相、Si-III相、Si-IV相和Si-VII相,这表明磨削过程中Si-I相发生了高压金属相变(Si-II相),Si-II相容易以塑性方式去除。粗磨硅片表面没有明显的多晶硅,只有少量的非晶硅出现,材料以脆性断裂方式去除。从粗磨到精磨,材料去除方式由脆性断裂去除向塑性去除过渡。粗磨向半精磨过渡时,相变强度越大,材料的塑性去除程度越大;半精磨向精磨过渡时,相变强度越小,材料的塑性去除程度越大。

关键词:单晶硅片;磨削;相变

中图分类号:TN305.2 **文献标识码:**A

Phase transformations of grinding monocrystalline silicon wafer surfaces

ZHANG Yin-xia¹, GAO Wei¹, KANG Ren-ke², GUO Dong-ming²

(1. School of Mechanical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China;

2. Key Laboratory for Precision & Non-traditional Machining of the Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: In order to understand the material removal mechanism during wafer rotation grinding, the phase transformations on the ground silicon wafer surface were investigated by Raman microspectroscopy. The results existing the amorphous silicon (α -Si), Si-III phase, Si-IV phase and Si-VII phase on the semi-fine and fine ground wafer surfaces indicate that the Si-I phase has been transformed into ductile metal phase (Si-II phase) during grinding, and the Si-II phase is ductile and easily be removed by ductile mode. There is no obvious polycrystalline silicon on the rough ground wafer surface, but very small amounts of α -Si is observed, these materials are removed by brittle mode. From rough grinding to fine grinding, the material removal mode changes from micro-fracture mode to ductile mode gradually. During the transition from rough grinding to semi-fine grinding, the ductile mode removal degree increases with the increasing phase transformation degree; the transition from semi-fine grinding to fine grinding, the ductile mode removal degree increases with the decreasing phase transformation degree.

Key words: monocrystalline silicon wafer; grinding; phase transformation

收稿日期:2008-01-07;修订日期:2008-03-28.

基金项目:国家自然科学基金重大资助项目(No. 50390061)

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,硅片的表面层质量直接影响着器件的性能、成品率以及寿命。在硅片的生产加工过程中,把单晶硅锭加工成抛光片通常需要至少六道机械加工、两道化学加工和一至两道抛光工艺。随着硅片尺寸的增大,新的硅片高效超精密平整化加工工艺得到了大量的研究,其中,具有高效率、高精度、低损伤等优点的硅片自旋转磨削技术正逐步成为抛光硅片和图形硅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硅片带来表面层损伤,该损伤会影响后续抛光工序的抛光时间和硅片的加工效率。因此,如何减少加工过程引起的表面层损伤是硅片磨削过程中亟待解决的一个重要问题。

近年来,很多学者采用压痕、划痕、单点金刚石切削加工等实验方法研究了脆性材料的塑性去除机理,与脆性去除方式相比,塑性去除方式能够降低表面层损伤、提高加工表面质量。目前,有关硅片的加工损伤机理的研究多侧重于单晶硅显微压痕、划痕的研究^[4-5]。一些研究表明:硅片加工过程中有可能引起金刚石结构的单晶硅发生非晶或多晶相变,材料的塑性去除与压力引起的相变有关^[4-6]。因此,为了分析硅片自旋转磨削过程中材料的去除机理,很有必要对硅片磨削过程中单晶硅的相变进行研究。

采用透射电子显微镜(Transmission Electron Microscope, TEM)可以检测单晶硅的相变,但是 TEM 样品的制备及其检测分析都很困难,而基于光的非弹性散射原理的拉曼(Raman)光谱仪是根据频率偏移来确定分子结构、应力及相位状态,近来已被成功地用于半导体材料的相变及应力的无损检测^[4,7-8]。本文采用显微 Raman 光谱仪检测了粗磨、半精磨及精磨硅片表面的相变,分析了磨削过程中单晶硅的相变,探讨了相变强度与材料塑性去除程度之间的关系。该研究结果不仅有助于研究硅片磨削损伤机理,同时也为硅片的磨削工艺参数选择及其塑性域磨削提供指导。

2 试验方案

2.1 磨削试验

硅片的磨削加工以 VG401MK II 型超精密磨

床为试验平台,磨削时硅片和砂轮同时转动,砂轮主轴有一个轴向进给,如图 1 所示。试验采用了直径为 200 mm 的 Czochralski (CZ) 法生长的(100)单晶硅片,该硅片是经过腐蚀的研磨硅片,其表面无损伤。

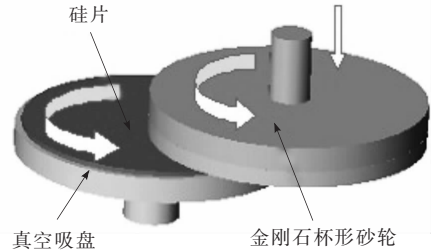


图 1 硅片自旋转磨削示意图

Fig. 1 Illustration of wafer rotation grinding

硅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 # 3 000 砂轮),粗磨用来快速去除大部分加工余量并使硅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硅片表面层损伤深度;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,保证磨削后硅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。试验采用的砂轮为日本 Asahi 公司生产的粒度号分别为 # 325、# 600、# 2000 和 # 3000 的树脂结合

表 1 磨削试验参数

Tab. 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	2 200	160	20
2	# 600	2 000	120	10
3	# 2000	2 000	200	5
4	# 3000	2 300	100	5

剂杯型金刚石砂轮。粗磨、半精磨和精磨时硅片的去除厚度分别为 200、100 和 50 μm ,磨削时采用去离子水进行冷却。本文的磨削试验参数如表 1 所示。

2.2 检测方法

传统的 Raman 光谱仪的激光束光斑尺寸相对较大,分辨率低。本文采用的是法国生产的

JY-HR 800 型高分辨显微 Raman 光谱仪,其光斑大小为 $1\ \mu\text{m}$,分辨率为 $0.1\ \text{cm}^{-1}$ 。该光谱仪有二维可动载物台,可以进行连续扫描。测量时半导体激光器输出功率为 $20\ \text{mW}$,入射到样品上的功率为 $4\ \text{mW}$,扫描时间为 $5\ \text{s}$,线扫描时步长为 $0.2\ \mu\text{m}$,扫描区为 $100\sim 700\ \text{cm}^{-1}$,所有检测均在室温下进行。

由于硅片磨削表面各点的状态并不完全一致,所以测量某一点的相变不具有代表性。考虑到硅片磨削表面磨纹有一定的分布规律,所以采用显微 Raman 光谱仪对粗磨、半精磨和精磨硅片表面沿垂直于磨纹的方向进行线扫描,扫描长度

以能反应磨纹的分布规律为准。

3 结果与讨论

3.1 试验结果

粗磨硅片表面上各点的拉曼光谱区别不大,图 2 是粗磨硅片表面的典型拉曼光谱,除了 Si-I 相的特征峰 $521\ \text{cm}^{-1}$ 和 $301\ \text{cm}^{-1}$ 外,仅有极少量的非晶硅($\alpha\text{-Si}$ 相)的特征峰。

半精磨硅片表面各点的拉曼光谱区别较大,其典型的拉曼光谱如图 3 所示。光谱表明除了 Si-I 相的特征峰以外,还在 $353\ \text{cm}^{-1}$ 和 $395\ \text{cm}^{-1}$

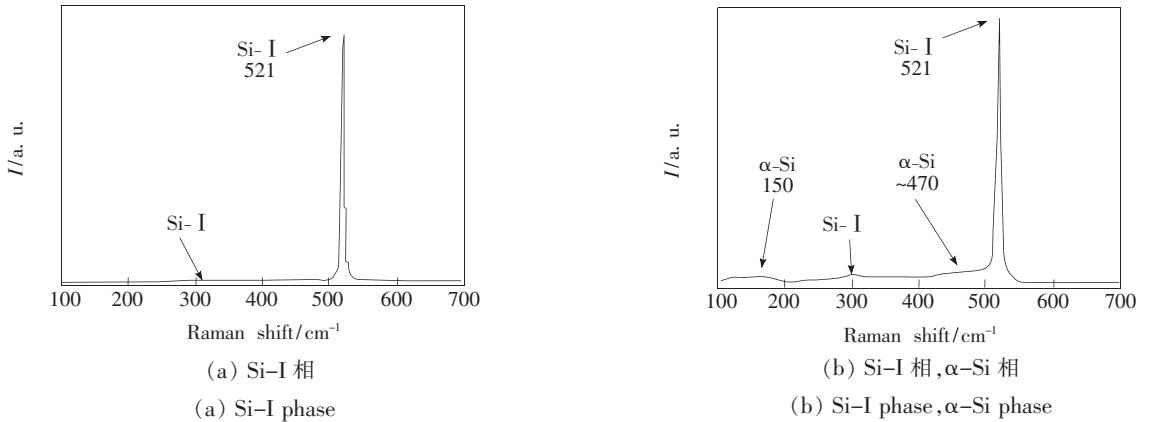


图 2 粗磨硅片表面的拉曼光谱

Fig. 2 Raman spectra taken from rough ground wafer surfaces

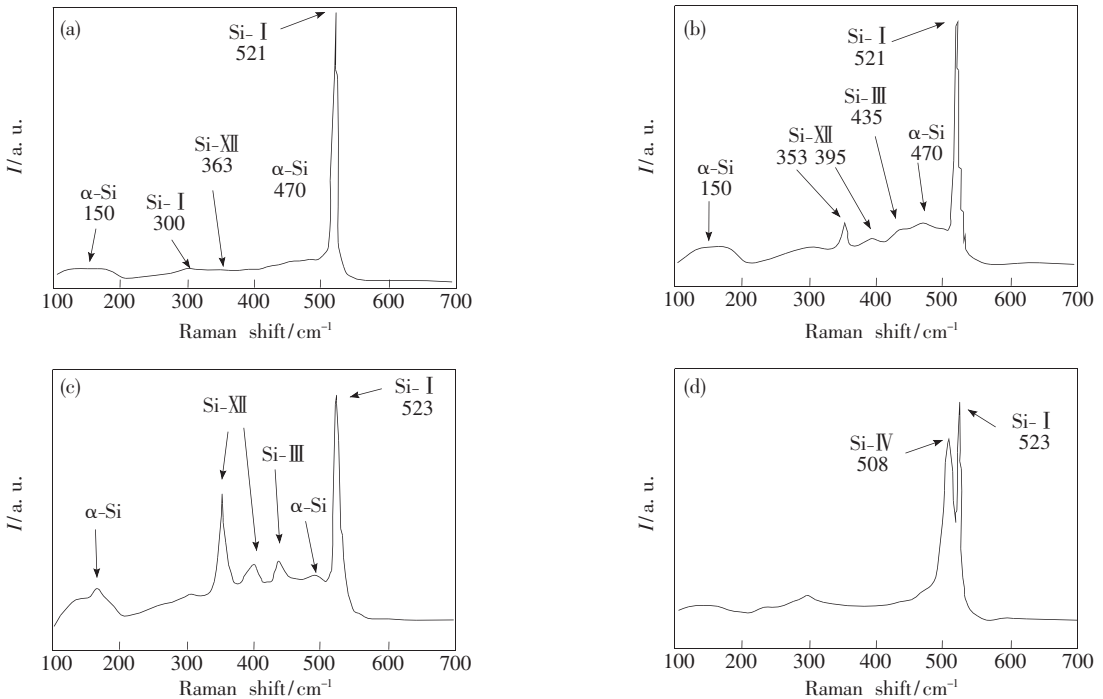


图 3 半精磨硅片表面的典型拉曼光谱

Fig. 3 Typical Raman spectra taken from semi-fine ground wafer surfaces

处有较强的菱方结构(r8)的 Si-Ⅻ相的特征峰,在 435 cm^{-1} 处有体心立方结构(bcc8)的 Si-Ⅲ相的特征峰,在 150 cm^{-1} 和 470 cm^{-1} 附近有对应于 α -Si 相的两个宽峰。图 3(c) 中显示出有大量的 Si-Ⅻ相和 Si-Ⅲ相存在,相变强度很大, Si-Ⅻ相的存在表明硅片表面有较高的局部压应力,因为 Si-Ⅻ相在 $\sim 2\text{ GPa}$ 的压应力下稳定, Si-I 相特征峰的偏移(从 520 cm^{-1} 到 523 cm^{-1}) 也表明硅片表面存在压应力^[7]。另外,半精磨硅片表面个别位

置处存在六方金刚石结构的 Si-Ⅳ相(峰位 508 cm^{-1})^[8],如图 3(d) 所示。

精磨硅片表面上各点的拉曼谱线比较一致, #2000 砂轮和 #3000 砂轮磨削硅片表面的典型光谱分别如图 4(a) 和图 4(b) 所示。精磨硅片表面也存在 Si-Ⅻ相、Si-Ⅲ相和 α -Si 相,但相变强度较小。精磨硅片的相变强度比半精磨硅片的相变强度小很多,对于 #2000 和 #3000 砂轮磨削硅片来讲,后者的相变强度稍弱于前者。

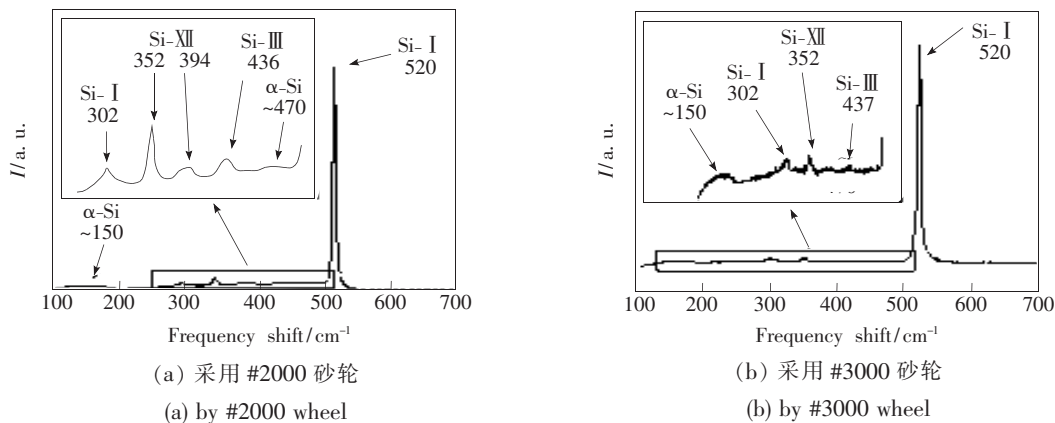


图 4 精磨硅片表面的拉曼光谱

Fig. 4 Raman spectra taken from fine ground wafer surfaces

3.2 分析讨论

磨削条件不同,硅片表层的相变强度不同,半精磨和精磨硅片表面层发生了相变,除了 Si-I 相以外,还存在有 α -Si 相、Si-Ⅲ相和 Si-Ⅻ相,半精磨硅片表面个别处还存在 Si-Ⅳ相。已有的单晶硅压痕的相变研究表明,加载时单晶硅首先发生由非晶相变引起的塑性屈服,进而再发生由硅原子晶格变形引起的相变。加载过程中根据局部应力状态的不同 Si-I 相转变为 Si-II 相或 Si-Ⅸ相。卸载时, Si-II 相卸载后不会再回到稳定的 Si-I 相,而转换为 α -Si 相或亚稳相(Si-Ⅲ相或 Si-Ⅻ相)。Si-Ⅲ相和 Si-Ⅻ相之间的转变是完全可逆的, Si-II 相在转变为 Si-Ⅲ相之前首先转变为 Si-Ⅻ相^[8-11]。因此,磨削表面存在的 α -Si 相、Si-Ⅻ相和 Si-Ⅲ相表明,硅片磨削过程中磨削力导致了 Si-II 相的出现。Si-II 相是具有金属延性特征的高压相,容易被硬的磨粒去除而不损伤下面的硅晶体,从而部分材料实现了以塑性方式去除。粗磨时,硅片表面没有非晶硅和多晶硅,从而可知粗磨时的应力不足以使 Si-I 相转变为 Si-II 相。

由于单晶硅是脆性材料,其在室温下的断裂韧性很低,粗磨时材料以脆性断裂方式去除。

通过分析,半精磨和精磨过程中的单晶硅的相变可归结为如图 5 所示。磨削过程中当硅片表面的 Si-I 相受到的静水压力为 $8\sim 16\text{ GPa}$ 时,作用区域内的 Si-I 相转变为 Si-II 相,同时伴随着 20% 的材料压缩。而当作用区域内的应力没有达到 Si-II 相形成所需应力时,部分 Si-I 相由于受到剪切形变将直接转变为 Si-Ⅳ相,即加载过程中是否能形成 Si-Ⅸ相取决于硅片磨削表面的局部应力状态大小。卸载时,当静水压力处于 $10\sim 12\text{ GPa}$ 时, Si-II 相先转变为 Si-Ⅻ相并伴随着 9% 的材料膨胀,随着压力的进一步降低,部分 Si-Ⅻ相转变为 Si-Ⅲ相。当对 Si-Ⅲ相重新加载时, Si-Ⅲ相就会再转变为 Si-Ⅻ相。Si-Ⅻ相能在常压下存在,但是存在量较少,其更容易在压应力($\sim 2\text{ GPa}$) 状态下稳定。Si-Ⅲ相和 Si-Ⅻ相之间的转变是完全可逆的, Si-II 相在转变为 Si-Ⅲ相之前首先转变为 Si-Ⅻ相。磨削过程可被视作反复的加载和卸载过程,材料的去除过程伴随着材料的相

变^[12]。半精磨时硅片表面的应力状态较为复杂, 并有 Si-IV 相产生。而精磨过程中不产生 Si-IV 相, 并且相变强度较弱。总之, 单晶硅的相变强度大小是由磨削过程中应力的分布决定的。

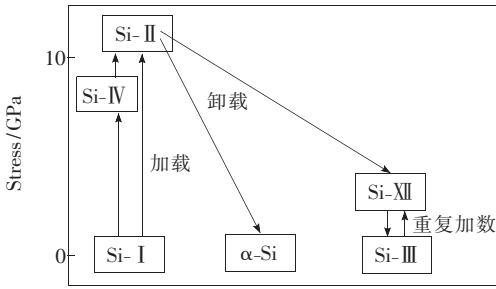


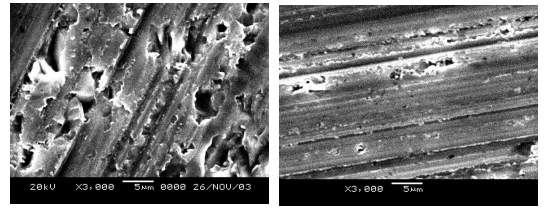
图 5 硅片半精磨和精磨过程中单晶硅的相变

Fig. 5 Phase transformations of monocrystalline silicon during semi-fine and fine grinding

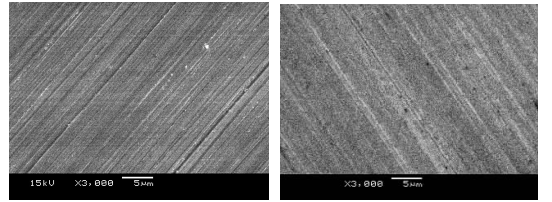
要确定磨削过程中材料的去除方式, 需综合考虑磨削过程中的相变和硅片磨削后的表面质量, 硅片磨削表面的扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope, SEM) 图像如图 6 所示。粗磨硅片表面层损伤严重, 存在大量的破碎和较深的表面、亚表面微裂纹, 不存在金属延性特征的塑性变形区域, 硅片表面也没有发生明显的多晶相变, 材料是以脆性方式去除。半精磨硅片表面有部分具有金属延性特征的塑性流动区域, 总体上表现微断裂和塑性变形共存特征, 但还是以微裂纹和微破碎为主, 因此磨削时材料还是以脆性去除为主; 而精磨硅片表面基本呈现为金属延性特征的塑性流动区域, 材料以塑性去除为主, #3000 砂轮磨削时材料的塑性去除程度比 #2000 砂轮磨削时的塑性去除程度大。

粗磨时相变强度最小, 而材料以脆性方式去除。半精磨时相变强度最大, 而部分材料实现了塑性去除, 但仍以脆性去除为主; 精磨时相变强度较小, 而材料却以塑性去除为主。由此可知, 材料的塑性去除程度大小和相变强度大小具有以下关系: 粗磨向半精磨过渡时, 随着相变强度的增大, 材料的塑性去除程度越大; 半精磨向精磨过渡时, 相变强度越小, 材料塑性去除的程度越大。从粗磨到精磨, 材料的去除方式逐渐由脆性断裂方式向塑性方式过渡。

总之, 磨粒的尺寸和形状不同, 磨削压力和磨削深度也有所不同, 从而导致材料的去除机理不



(a) 粗磨硅片表面的 SEM (b) 半精磨硅片表面的 SEM
(a) SEM image from rough (b) SEM image from semi-fine ground wafer surface



(c) 精磨硅片表面的 SEM (#2000 砂轮) (d) 精磨硅片表面的 SEM (#3000 砂轮)
(c) SEM image from fine ground wafer surface (#2000 wheel) (d) SEM image from fine ground wafer surface (#3000 wheel)

图 6 硅片表面的 SEM 图像

Fig. 6 SEM images of wafer surfaces

同。脆性单晶硅的断裂韧性低, 容易发生微断裂, 而压力致相变使得单晶硅由脆性体系转变为塑性体系^[5-11], 这有利于改善单晶硅的切削加工性能。硅片粗磨、半精磨和精磨过程中, 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。

4 结 论

通过对硅片表面的显微拉曼光谱分析表明: 磨削条件不同, 硅片表面的相变强度不同, 粗磨硅片表层没有发生明显的多晶硅, 只有少量的非晶硅出现, 材料以脆性断裂方式去除。半精磨和精磨硅片表面层存在的非晶相 (α -Si 相) 和多晶相 (Si-III 相、Si-III 相和 Si-IV 相) 表明磨削过程中 Si-I 相发生了高压金属相变 (Si-II 相), Si-II 相容易以塑性方式去除, 从而使得部分材料以塑性方式去除。粗磨向半精磨过渡时, 随着相变强度的增大, 材料的塑性去除程度越大; 半精磨向精磨过渡时, 相变强度越小, 材料塑性去除的程度越大。从粗磨到精磨, 材料的去除方式逐渐由脆性断裂方式向塑性方式过渡。

参考文献:

- [1] 崔建丰,赵晶,樊仲维,等.厚硅片的高速激光切片研究[J].光学精密工程,2006,14(5):829-834.
CUI J F, ZHAO J, FAN ZH W, *et al.*. Study on LD-pumped Nd:YAG laser cutter for silicon wafer [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2006, 14(5): 829-834. (in Chinese)
- [2] 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[J].金刚石与磨料磨具工程,2003,136(4):13-18.
KANG R K, TIAN Y B, GUO D M, *et al.*. Present status of research and application in ultra-precision grinding technology of large-scale silicon wafers [J]. *Diamond & Abrasives Engineering*, 2003, 136(4):13-18. (in Chinese)
- [3] 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[J].光学精密工程,2007,15(7):1084-1089.
CAO ZH Q, ZHAO J, CHEN D X, *et al.*. Theory and experiment on hydrodynamic suspension ultra-smooth machining for silicon wafers [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(7):1084-1089. (in Chinese)
- [4] GOGOTSI Y, ZHOU G, KU S S, *et al.*. Raman microspectroscopy analysis of pressure-induced metallization in scratching of silicon[J]. *Semiconductor Science Technology*, 2001, 16:345-352.
- [5] ZARUDI I, ZHANG L C. Structure changes in monocrystalline silicon subjected to indentation-experimental findings[J]. *Tribology International*, 1999, 32:701-712.
- [6] ROBERTS S G. *Fracture and Brittle-ductile Transition in Si, Properties of Crystalline Silicon*[M]. London: INSPEC, the Institution of Electrical Engineers, 1999.
- [7] GOGOTSI Y, BAED C. Raman microspectroscopy study of processing-induced phase transformations and residual stress in silicon[J]. *Semiconductor Science Technology*, 1999, 14:936-944.
- [8] KAILER A, GOGOTSI Y, NICKEL K G. Phase transformations of silicon caused by contact loading[J]. *J. Appl. Phys.*, 1997, 81:3057-3063.
- [9] ZHANG L C, ZARUDI I. Towards a deeper understanding of plastic deformation in monocrystalline silicon[J]. *International J. Mechanical Sciences*, 2001, 43:1985-1996.
- [10] CRAIN J, ACKLAND G J, MACLEAN J R, *et al.*. Reversible pressure-induced transitions between metastable phases of silicon[J]. *Physical Review B*, 1994, 50(17):13043-13046.
- [11] PIZANI P S, JASINEVICIUS R. Ductile and brittle modes in single-point-diamond-turning of silicon probed by Raman scattering[J]. *J. Materials Science Lett.*, 1999, 18:1185-1187.
- [12] 张银霞.单晶硅片超精密磨削加工表面层损伤的研究[D].大连:大连理工大学,2006.
ZHANG Y X. *Study on the surface layer damage of monocrystalline silicon wafer induced by ultra-precision grinding* [D]. Dalian:Dalian University of Technology, 2006. (in Chinese)

作者简介:张银霞(1974—),女,河南长垣人,博士,讲师,主要从事超精密加工、特种加工与复合加工理论与技术方面的研究工作。E-mail:zhangyinxia@zzu.edu.cn