

应力预释放对单晶硅片的压痕位错滑移的影响

赵泽钢 田达晰 赵剑 梁兴勃 马向阳 杨德仁

Effect of prior stress-relief on the gliding of indentation dislocations on silicon wafers

Zhao Ze-Gang Tian Da-Xi Zhao Jian Liang Xing-Bo Ma Xiang-Yang Yang De-Ren

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 64, 208101 (2015) DOI: 10.7498/aps.64.208101

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.208101>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2015/V64/I20>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

液氮冷却条件下激光快速熔凝 Ni-28 wt%Sn 合金组织演变

Microstructural evolution of laser surface remelting remolten Ni-28 wt%Sn alloy under liquid nitrogen cooling

物理学报.2015, 64(10): 108103 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.108103>

Ca_{0.64}WO₄:Eu_{0.24} 陶瓷的高温相变机理及其对发光性能的影响

Mechanism of phase transition induced by high temperatures and its influences on the luminescence of Ca_{0.64}WO₄:Eu_{0.24} ceramics

物理学报.2014, 63(21): 218102 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.218102>

单晶硅片中的位错在快速热处理过程中的滑移

Dislocation motion during rapid thermal processing of single-crystalline silicon wafers

物理学报.2013, 62(16): 168101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.168101>

斜切蓝宝石衬底 MOCVD 生长 GaN 薄膜的透射电镜研究

TEM study of GaN films on vicinal sapphire (0001) substrates by MOCVD

物理学报.2012, 61(18): 186103 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.186103>

应力预释放对单晶硅片的压痕位错滑移的影响*

赵泽钢¹⁾ 田达晰^{2)†} 赵剑¹⁾ 梁兴勃¹⁾ 马向阳^{1)‡} 杨德仁¹⁾

1) (浙江大学硅材料国家重点实验室, 浙江大学材料科学与工程学院, 杭州 310027)

2) (浙江金瑞泓科技股份有限公司, 宁波 315800)

(2015年4月10日收到; 2015年6月16日收到修改稿)

单晶硅片的压痕位错在一定温度下的滑移距离反映了硅片的机械强度. 压痕位错的滑移是受压痕的残余应力驱动的, 因此研究残余应力与位错滑移之间的关系具有重要的意义. 本文首先采用共聚焦显微拉曼术研究了单晶硅片压痕的残余应力经过 300 或 500 °C 热处理后的预释放, 然后研究了上述应力预释放对压痕位错在后续较高温度 (700—900 °C) 热处理过程中滑移的影响. 在未经应力预释放的情况下, 压痕位错在 700—900 °C 热处理 2 h 后即可滑移至最大距离. 当经过上述预应力释放后, 位错在 900 °C 热处理 2 h 后仍能达到上述最大距离, 但位错滑移速度明显降低; 而在 700 和 800 °C 时热处理 2 h 后的滑移距离变小, 其减小幅度在预热处理温度为 500 °C 时更为显著. 然而, 进一步的研究表明: 即使经过预应力释放, 只要足够地延长 700 和 800 °C 的热处理时间, 位错滑移的最大距离几乎与未经预应力释放情形时的一样. 根据以上结果, 可以认为在压痕的残余应力大于位错在某一温度滑移所需临界应力的前提下, 压痕位错在某一温度滑移的最大距离与应力大小无关, 不过达到最大距离所需的时间随应力的减小而显著增长.

关键词: 单晶硅片, 压痕, 位错滑移, 应力释放

PACS: 81.05.Cy, 81.40.-z, 61.72.Ff

DOI: 10.7498/aps.64.208101

1 引言

硅片的机械强度是影响集成电路成品率的重要因素, 一直以来受到人们的广泛关注. 随着集成电路制造的光刻精度的提高, 硅片的机械强度显得尤为重要. Hu^[1-4] 最早提出硅片压痕位错在一定温度下的滑移距离可用来表征硅片的机械强度. 这种方法对仪器和设备的要求不高且简便易行, 已经被人们广泛使用^[5-8]. 在硅片上施加压痕时, 在引入位错的同时也在完整晶格处留下了压应力^[9,10]. 在一定温度下, 硅片的压痕位错在应力的驱动下沿着 (110) 方向发生滑移, 在特定晶面 (如: (100) 或 (111) 面) 上形成特定的花样 (rosette)^[11]. 在以前, 如上所述的压痕残余压应力还无法定量地表征, 更无法确切地得知其分布的情况. 近十年来, 共聚焦

显微拉曼术已变得很成熟, 它被广泛地应用于材料科学的研究中^[12,13], 而单晶硅具有特征拉曼峰, 其峰位对晶格应力相当敏感. 因此, 利用共聚焦显微拉曼术可定量地表征硅片压痕的残余压应力的分布及其大小; 进一步地, 可研究压痕残余压应力变化对位错滑移的影响.

在以往的研究中, 研究者们通常关注压痕位错在恒定载荷下的滑移, 在此情况下, 驱动位错滑移的应力是恒定的^[14,15]. 我们则研究了无载荷情况下压痕位错在一定温度下的滑移^[7,16,17], 在此情况下, 驱动位错滑移的残余应力在不断减小, 直至小于位错滑移所需的临界应力. 在研究过程中, 产生了一个问题, 即如果压痕的残余压应力通过某种方式预先得到一定程度的释放, 将会对压痕位错在一定温度下的滑移行为产生什么样的影响? 本文针对这个问题进行了研究. 在硅片上施加压痕后, 先

* 国家自然科学基金 (批准号: 60906001, 61274057) 和国家科技重大专项 (批准号: 2010ZX02301-003) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: tiandx@zju.edu.cn

‡ 通信作者. E-mail: mxyoung@zju.edu.cn

进行低温预热处理, 部分地释放压痕的残余应力, 用共聚焦拉曼显微镜表征应力分布的变化; 然后, 以更高温度的热处理使压痕位错发生滑移, 用择优腐蚀结合光学显微镜观察的方法获得压痕位错的滑移距离. 通过上述研究, 揭示了应力预释放对单晶硅片压痕位错滑移的影响.

2 实 验

从〈100〉晶向, 电阻率为 $10\ \Omega\cdot\text{cm}$ 、厚度为 $675\ \mu\text{m}$ 、直径为 $200\ \text{mm}$ 的P型掺硼直拉单晶硅片上切下 $1.5\ \text{cm} \times 1.5\ \text{cm}$ 大小的正方形小片若干, 作为实验样品. 使用维氏硬度计, 以 $100\ \text{g}$ 的载荷、 $10\ \text{s}$ 的承压时间在每个样品的中间区域施加呈 3×3 网格分布的9个压痕, 相邻两个压痕之间的距离为 $2\ \text{mm}$.

将上述具有压痕的样品分成三组, 其中两组分别进行 300 和 $500\ ^\circ\text{C}$ 预热处理, 时间为 $2\ \text{h}$; 而另外一组不做预热处理. 然后, 根据需要将每组样品进行 700 , 800 或 $900\ ^\circ\text{C}$ 的热处理, 其时间根据不同的实验目的而定, 可从几分钟到十几小时. 所有上述热处理都在氩气气氛下进行. 通常而言, 在上述三个温度下热处理 $2\ \text{h}$ 就足以使压痕位错的滑移距离达到最大. 在 300 或 $500\ ^\circ\text{C}$ 的预热处理后, 利用共聚焦拉曼显微镜 (Bruker Senterr)

对压痕附近残余应力的分布进行表征. 样品经 700 , 800 或 $900\ ^\circ\text{C}$ 的热处理后, 利用Secco腐蚀液 [$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 : \text{HF} = 1 : 2$] 腐蚀 $5\ \text{min}$ 以显示位错, 然后在Olympus MX50光学显微镜下观察位错的滑移花样并加以拍照.

3 结果与讨论

3.1 压痕残余应力的表征

图1(a)是以维氏硬度计在样品上引入的典型压痕的光学显微镜照片, 其中的四条裂纹沿着〈110〉方向扩展. 在该压痕附近区域所获得的共聚焦显微拉曼测绘(mapping)图如图1(b)所示. 该mapping图描绘的是压痕附近的单晶硅特征拉曼峰位的变化情况, 峰位的具体数值由右边的纵坐标给出. 需要说明的是, 由于无法聚焦的原因, 压痕印记(对应于图1(a)所示的菱形)处的mapping结果并不可信, 在以下的分析中不予关注. 在压痕附近, 硅晶格受到了压应力. 因此, 单晶硅的特征拉曼峰发生蓝移(无应力下, 硅的特征拉曼峰位是 $520\ \text{cm}^{-1}$). 应力和特征拉曼峰位的偏移量之间存在着如下关系^[18]:

$$\delta(\text{MPa}) \approx -434 \times \Delta\omega(\text{cm}^{-1}), \quad (1)$$

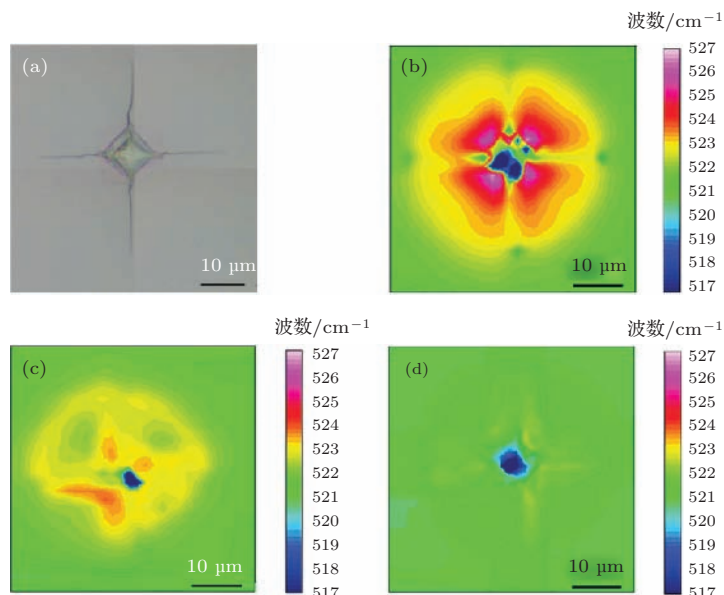


图1 (网刊彩色) (a) 单晶硅片压痕的光学显微镜照片; (b)–(d) 单晶硅片压痕在未经热处理、经 $300\ ^\circ\text{C}$, $2\ \text{h}$ 和 $500\ ^\circ\text{C}$, $2\ \text{h}$ 热处理后的共聚焦显微拉曼 mapping 图

Fig. 1. (color online) (a) Optical microscopy image of an indentation on silicon wafer; (b)–(d) micro-Raman mapping images for the indentations on silicon wafers without and with the anneals at 300 and $500\ ^\circ\text{C}$ for $2\ \text{h}$, respectively.

其中 δ 为应力, $\Delta\omega$ 为波数偏移量, 当 $\Delta\omega > 0$ 时, δ 为压应力. 因此, 特征拉曼峰位的mapping图可直观地反映应力的分布情况. 从图1(a)和图1(b)中可以推知: 压应力分布在压痕附近的由四条裂纹所划分的四个“象限”中, 且压应力随着离开压痕距离的增大而减小; 四条裂纹处的残余应力较小, 这是由于裂纹的产生显著地释放了应力. 对理想的压痕而言, 上述四个“象限”中的压应力分布应该是对称的. 但是, 实际情形下的压痕难免会与理想情况有所差别, 因而图1(b)中的四个“象限”中的压应力分布并非严格对称. 图1(c)和图1(d)分别是经过300和500 °C热处理2 h后在压痕附近区域所获得的共聚焦显微拉曼mapping图. 结合图1(b)分析可知: 经过上述热处理后, 压痕附近的压应力得到了不同程度的释放, 500 °C热处理比300 °C热处理更加显著地释放了应力. 实际上, 经过500 °C处理2 h后, 压痕位错发生了一定程度的滑移(滑移了约36 μm), 这加剧了应力的释放.

3.2 压痕残余应力预释放对压痕位错滑移的影响

为说明压痕位错在经一定温度热处理后的滑移距离是如何定义的, 图2给出了经过900 °C热处理2 h后某一压痕的位错滑移花样经择优腐蚀后的光学显微镜照片. 由于施加压痕时在单晶硅片上产生的位错以及如上节所述的残余应力在四个“象限”中的分布难免会有差异, 通常会出现某一方面上位错滑移距离较大的情况. 此时, 一般将位错在四个方向上滑移的最大距离作为位错滑移距离[7,18]. 在本文中, 对每个样品而言, 分别测量出9个压痕经过热处理后的位错滑移距离, 以它们的算术平均值作为该样品的位错滑移距离.

图3反映的是300和500 °C的预热处理对单晶硅片压痕位错在700—900 °C热处理2 h后的滑移距离的影响. 需要指出: 在未经预热处理的情况下, 压痕位错在700—900 °C热处理2 h后即可滑移至最大距离(继续延长热处理时间位错滑移距离不变). 从图3中可以看到, 预热处理导致的应力预释放对压痕位错滑移的影响强烈依赖于后续热处理温度. 当后续热处理温度为700 °C时, 500 °C预热处理使压痕位错的滑移距离显著小于未经热处理时的情形; 而300 °C预热处理对压痕位错滑移的抑制程度显著变弱. 当后续热处理温度为800 °C时, 虽然两种低温预热处理仍然对压痕位错的滑移

表现出抑制效应, 但抑制程度明显小于后续热处理温度为700 °C时的情形. 当后续热处理温度为900 °C时, 低温预热处理几乎没有抑制压痕位错的滑移.

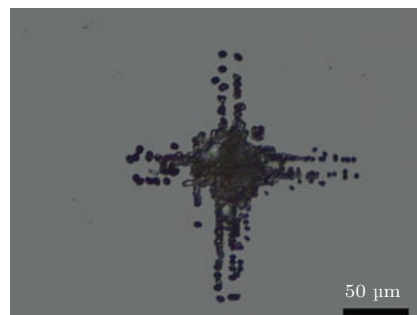


图2 (网刊彩色) 经过900 °C, 2 h热处理后单晶硅片上某一压痕的位错滑移花样经择优腐蚀后的光学显微镜照片

Fig. 2. (color online) Optical microscopy image of a rosette formed by the gliding of indentation dislocations on the silicon wafer annealed at 900 °C for 2 h.

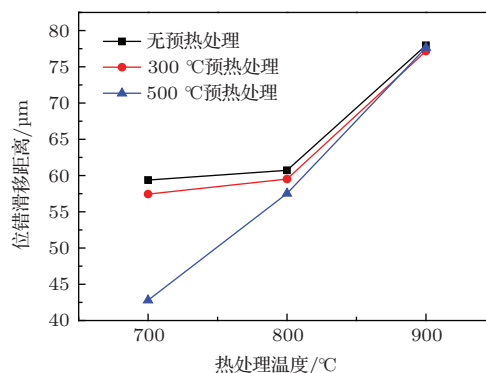


图3 (网刊彩色) 不经预热处理和经过300或500 °C预热处理的单晶硅片的压痕位错在700—900 °C热处理2 h后的滑移距离

Fig. 3. (color online) The gliding distances of indentation dislocations on silicon wafers annealed at 700–900 °C for 2 h without and with the prior anneals at 300 and 500 °C, respectively.

如前所述, 图1表明300和500 °C预热处理均可释放压痕附近的应力, 且500 °C预热处理使应力的释放更为显著. 压痕位错的滑移是受残余应力驱动的, 当残余应力小于位错滑移所需的临界应力时, 位错停止滑移. 此外, 位错的滑移速度与残余应力成正比, 如下式所示[16]:

$$V = V_0 \exp[-Q/(kT)] \cdot \tau, \quad (2)$$

其中 V_0 为指前因子, τ 代表应力, Q 代表位错滑移的激活能, k 为玻尔兹曼常数, T 为绝对温度. 另一方面, 位错滑移所需的临界应力随热处理温度的升高而减小, 即当热处理温度从700 °C升高到900 °C时, 位错滑移所需的临界应力随之减小. 从

图3中可以推知:当后续热处理温度为900 °C时,无论是经过300 °C还是500 °C的预热处理,压痕的残余应力都大于位错滑移所需的临界应力,因而经2 h热处理所致的位错滑移距离与未经预热处理的情形相比几乎没有差别.然而,根据(2)式可知,经过预热处理使压痕残余应力得到部分的预释放后,压痕位错的滑移速度应该有所下降.其具体情况是怎样的?还有,令人更感兴趣的问题是,如图3所示,当后续热处理温度为700 或者800 °C时,300或500 °C的预热处理使位错滑移距离变小,尤其是500 °C的预热处理非常显著地减小了位错在700 °C的滑移距离,那么,是因为位错的滑移速度变小还是因为残余应力小于位错滑移所需的临界应力使位错不能继续滑移才导致上述结果?为了回答上述两个问题,我们进一步研究了经过500 °C, 2 h 预热处理后压痕位错分别在700和900 °C的滑移距离随热处理时间的变化情况,其结果如图4所示.

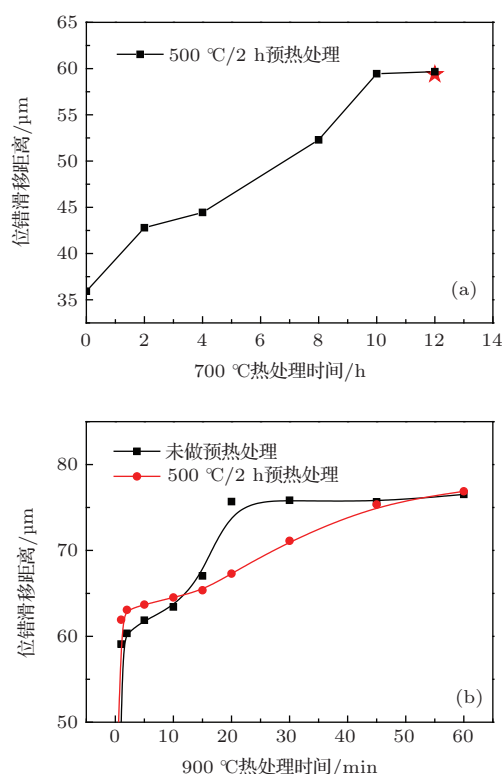


图4 (网刊彩色) 经过500 °C, 2 h 预热处理后单晶硅片的压痕位错在700 °C (a) 和900 °C (b) 的滑移距离随热处理时间的变化, 图(a)中的红五角星标出的是未经预热处理时位错在700 °C 热处理2 h后的滑移距离

Fig. 4. (color online) The gliding distance of indentation dislocations on silicon wafers as a function of the time of (a) 700 °C and (b) 900 °C anneal following the prior 500 °C, 2 h anneal.

从图4(a)中可见:随着700 °C热处理时间的延长,位错滑移距离不断增大,当热处理时间达到10 h时,位错滑移距离达到最大值.需要注意的是,该最大值与未经预热处理时位错在700 °C热处理2 h后的滑移距离值(图中用红五角星标出,引用图3中未经预热处理时位错在700 °C的滑移距离)几乎相同.这一结果清楚地表明:1)即使压痕残余应力由于500 °C预热处理而得到部分释放后,残余应力仍然大于位错在700 °C滑移所需的临界应力;2)图3所示的低温(尤其是500 °C)预热处理使位错在700 °C热处理2 h后的滑移距离显著减小是由于位错滑移速度在压痕残余应力预释放后显著降低所致.当后续热处理温度为800 °C时,对经过500 °C, 2 h 预处理的样品而言,只要将800 °C的热处理时间延长至4 h,即可使压痕位错的滑移距离达到最大值,即该值与未经预热处理时在800 °C热处理2 h后所致的位错滑移距离几乎一致.

图4(b)给出了未经预热处理和经过500 °C 预处理的样品经过900 °C不同时间热处理后压痕位错的滑移距离.从图中可以看到:对于未经预热的样品,位错在900 °C热处理的前20 min快速滑移,约在30 min时即滑移至最大距离,之后几乎不再滑移;而对于经过500 °C 预处理的样品,由于该预处理使位错发生了一定的滑移(如前所述,位错滑移距离约为36 μm),因此,在900 °C热处理的前10 min位错的滑移距离稍大于未经预热的样品.但是,该样品在900 °C时位错滑移的速度明显小于未经预热的样品,位错在热处理30 min后并没有滑移至最大距离,而需在热处理45 min后才滑移至最大距离.

根据图3和图4给出的结果,可以认为:1)压痕残余应力的预释放显著降低了位错的滑移速度;2)当应力预释放后的残余应力仍然大于位错在某一温度滑移所需的临界应力时,压痕位错滑移的最大距离几乎保持不变,但达到最大距离所需的时间延长,其延长幅度与应力预释放的热处理温度和使位错发生滑移的热处理温度有关.

4 结 论

研究了应力预释放对单晶硅片的压痕位错滑移的影响.发现压痕的残余应力在较低温度(300—500 °C)热处理时会得到不同程度的释放,热处理温度越高,残余应力的释放越显著.经过上

述低温热处理所致的应力预释放后, 压痕位错在后续较高温度 (700—900 °C) 热处理时的滑移速度显著降低; 然而, 只要经过足够长时间的热处理, 位错滑移的最大距离与未经过预应力释放时的情形几乎一致. 总之, 即使经过应力预释放, 只要压痕的残余应力仍然大于位错在某一温度滑移所需的临界应力时, 压痕位错滑移的最大距离几乎保持不变, 但达到最大距离所需的时间增长, 其增长幅度依赖于应力预释放的热处理温度和使位错发生滑移的热处理温度. 本文的结果有助于人们深入理解压痕残余应力与压痕位错滑移之间的关系.

感谢浙江大学材料科学与工程学院金属材料研究所刘嘉斌副教授对本文提出的建设性建议.

参考文献

- [1] Hu S M 1973 *Appl. Phys. Lett.* **5** 22
- [2] Hu S M 1975 *J. Appl. Phys.* **46** 1470
- [3] Hu S M 1977 *Appl. Phys. Lett.* **3** 31
- [4] Hu S M, Patrick W J 1975 *J. Appl. Phys.* **5** 46
- [5] Yonenaga I 2005 *J. Appl. Phys.* **98** 023517
- [6] Zeng Z D, Zeng Y H, Ma X Y, Yang D R 2011 *J. Cryst. Growth.* **324** 93
- [7] Xu L M, Gao C, Dong P, Zhao J J, Ma X Y, Yang D R 2013 *Acta Phys. Sin.* **62** 168101 (in Chinese) [徐嶺茂, 高超, 董鹏, 赵建江, 马向阳, 杨德仁 2013 物理学报 **62** 168101]
- [8] Lee S W, Danyluk S 1988 *J. Mater. Sci.* **1** 23
- [9] Cook R F 2006 *J. Mater. Sci.* **3** 41
- [10] Puech P, Pinel S, Jasinevicius R G, Pizani P S 2000 *J. Appl. Phys.* **8** 88
- [11] Hu S M 1975 *J. Appl. Phys.* **4** 46
- [12] Zhang Q H, Han J H, Feng G Y, Xu Q X, Ding L Z, Lu X X 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 214209 (in Chinese) [张秋慧, 韩敬华, 冯国英, 徐其兴, 丁立中, 卢晓翔 2012 物理学报 **61** 214209]
- [13] Deng Q, Ma Y, Yang X H, Ye L J, Zhang X Z, Zhang Q, Fu H W 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 247701 (in Chinese) [邓泉, 马勇, 杨晓红, 叶利娟, 张学忠, 张起, 付宏伟 2012 物理学报 **61** 247701]
- [14] Hu S M 1978 *J. Appl. Phys.* **11** 49
- [15] Sumino K, Yonenaga I 1993 *Phys. Status. Solidi. A* **138** 573
- [16] Zeng Z D, Ma X Y, Yang D R 2010 *J. Cryst. Growth* **312** 169
- [17] Zeng Z, Murphy J D, Falster R J, Ma X Y, Yang D R, Wilshaw P R 2011 *J. Appl. Phys.* **6** 109
- [18] de Wolf I, Jian C, van Spengen W M 2001 *Opt. Laser. Eng.* **2** 36

Effect of prior stress-relief on the gliding of indentation dislocations on silicon wafers^{*}

Zhao Ze-Gang¹⁾ Tian Da-Xi^{2)†} Zhao Jian¹⁾ Liang Xing-Bo¹⁾
Ma Xiang-Yang^{1)‡} Yang De-Ren¹⁾

1) (State Key Laboratory of Silicon Materials, School of Materials and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China)

2) (QL Electronic Co. Ltd, Ningbo 315800, China)

(Received 10 April 2015; revised manuscript received 16 June 2015)

Abstract

The mechanical strengths of silicon wafers are crucial for the manufacturing yield of integrated circuits (ICs), which have received intensive attention over the years. With reducing the feature size of ICs, the mechanical strengths of silicon wafers become more significant. Actually, the gliding of indentation dislocations on single-crystalline silicon wafers at a given temperature reflects the mechanical strengths of silicon wafers. Since the gliding of indentation dislocations is driven by the residual stress around the indentation, the investigation on the correlation between the residual stress and dislocation gliding is of significance. In this paper, we first use micro-Raman microscopy to characterize the relief of stress around the indentation due to the annealing at 300 or 500 °C. Then the effect of such a relief-stress on the gliding of indentation dislocations at 700–900 °C is investigated. In the case without the prior stress-relief, the indentation dislocations glide to the maximum distance after 2 h annealing at 700–900 °C. With the prior stress-relief due to the annealing at 300 or 500 °C, the indentation dislocations can still glide to the maximum distance after 2 h annealing at 900 °C, however the gliding velocity significantly decreases and the gliding distance is remarkably reduced after 2 h annealing at 700 or 800 °C. Such a reduction of gliding distance is most significant in the case of 700 °C annealing following the stress-relief with the 500 °C/2 h annealing. Despite the prior stress-relief, as long as the annealing time at 700 or 800 °C is sufficiently extended, the indentation dislocations can glide to the maximum distance. In view of the above results, it is believed that the maximum gliding distance of indentation dislocations at a given temperature is independent of the values of residual stress around the indentation provided that the residual stresses are larger than the critical stress for driving the dislocation movement. Nevertheless, the annealing time for achieving the maximum gliding distance at a given temperature should be remarkably extended as the residual stresses around the indentation are relieved.

Keywords: silicon wafer, indentation, dislocation gliding, stress-relief

PACS: 81.05.Cy, 81.40.-z, 61.72.Ff

DOI: 10.7498/aps.64.208101

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 60906001, 61274057) and the National Science and Technology Major Project of China (Grant No. 2010ZX02301-003).

† Corresponding author. E-mail: tiandx@zju.edu.cn

‡ Corresponding author. E-mail: mxyoung@zju.edu.cn