

文章编号: 0258-7025(2007)11-1589-05

脉冲激光弯曲成形技术中硅片表面的形貌分析

吴东江, 马广义, 曹先锁, 王续跃, 赵福令, 郭东明

(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 对长脉宽脉冲激光弯曲后的硅片试件进行了表面形貌以及晶相等特性分析。结果表明, 激光作用于硅片表面后形成了三种特殊区域, 分别为边缘区域、过渡区域、主作用区域。其中过渡区域和主作用区域变化比较明显, 分别出现了堆积层错现象和波纹状形貌。对主作用区域进行拉曼光谱检测, 分析谱图没有发现典型的非晶硅转变, 只是存在微弱的 Si-I \rightarrow Si-III 转化。利用 X 射线定向仪检测原始和激光作用后表面的晶向, 发现激光作用区域晶向变化较明显, 存在晶体畸变和晶粒细化现象。

关键词 激光技术; 激光加工; 弯曲成形; 表面形貌; 晶相

中图分类号 TN 249; TG 665 **文献标识码** A

Analysis of Silicon Surface Profile of Pulsed Laser Bending Processing

WU Dong-jiang, MA Guang-yi, CAO Xian-suo,

WANG Xu-yue, ZHAO Fu-ling, GUO Dong-ming

(Key Laboratory for Precision and Non-Traditional Machining Technology, Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian, Liaoning 116024, China)

Abstract Surface properties such as profile and crystal phase of bent silicon samples by long laser pulses were analyzed. The results indicated that the irradiated surface was divided into ambient region, transition region and main function region. The surfaces of the transition region and main function region were changed seriously, and massing stacking fault and ripple profile were found respectively. The typical transformation of amorphous silicon was not found at Raman spectrum of the main function region, and only existed tiny Si-I \rightarrow Si-III conversion. Meanwhile the crystal-plane orientation was changed seriously compared to the initial crystal-plane by X-ray crystal-plane identification, and crystal distortion and thinning appeared in the region irradiated.

Key words laser technique; laser processing; bending forming; surface profile; crystal phase

1 引 言

激光弯曲成形是利用激光束扫描板材表面形成的非均匀温度场产生热应力来实现塑性变形的工艺方法, 是一种无模具、无外力的非接触式依靠热应力成形的技术, 具有生产周期短、柔性大等特点。现阶段对于激光弯曲的研究主要集中在金属材料 and 合金材料^[1~3]等塑性变形材料。而对脆性材料很少涉及。而随着微制造技术的发展, 在微机电系统 (MEMS) 领域中不仅需要平面硅片, 也需要 Si 梁, Si 桥和探针臂等结构件、执行机构件、弹性功能件

等不定形硅片。在微型传感器制造中也出现了非直线悬臂, 以及精密光学器件中需要在微尺寸器件条件下的微小弧度件等。这些器件的应用要对加工的微平面器件进行二次加工。激光弯曲由于其本身的特点, 完全适合对此类器件的二次加工。J. Frühauf 等^[4,5]在 20 世纪末对硅片在高温情况下塑性变形的可行性进行了实验研究, 说明在温度大于 650 °C 时, 硅片会从脆性向塑性转变, 提出了采用激光技术对脆性材料进行塑性弯曲的想法。并利用连续 YAG 激光器, 对单晶硅进行了相关实验, 初步确定了硅片弯曲机制和金属材料弯曲机制的相似

收稿日期: 2007-05-22; 收到修改稿日期: 2007-08-06

基金项目: 国家自然科学基金重大项目 (50290101) 和辽宁省自然科学基金 (20062178) 资助课题。

作者简介: 吴东江 (1964—), 男, 山东人, 教授, 主要从事激光精密微细加工领域的研究工作。

E-mail: djwudut@dlut.edu.cn

性^[6,7]。X. Richard Zhang 等^[8,9]利用连续和短脉冲(纳秒量级)两种激光模式激光器,分别对陶瓷、玻璃、硅片进行了实验研究。但目前的研究只限于加工参数对弯曲效果的影响,并没有对激光扫描后的硅片表面进行形貌和晶相等特性分析。而激光弯曲成形后硅材料表面特征的改变会直接影响硅片的物理、化学、电学等性能,也会影响其在微制造领域中的应用。因此分析硅片在激光弯曲后表面形貌的变化,能够深入理解脆性材料激光弯曲机制。

本文利用光学显微镜、扫描电镜(SEM)、拉曼光谱仪以及 X 射线晶体定向仪,对毫秒脉宽脉冲 Nd:YAG 激光弯曲的硅片表面进行了形貌分析,对硅晶体相态和表面晶面取向检测,以研究激光弯曲硅片表面的性质变化,确定激光弯曲对硅片的影响,为进行机制分析提供了依据。

2 实验现象

2.1 加工及检测设备

实验用硅片试件为 100 μm 厚(111)n 型单晶硅,单面抛光。采用 1064 nm Nd:YAG 固体脉冲激光器进行弯曲成形加工,脉冲宽度为毫秒量级,激光扫描面为抛光面。实验结果表明在单脉冲能量、扫描速度不变的情况下,实现硅片弯曲存在一个较窄的激光频率和脉冲宽度调节范围,其中当脉冲宽度为 2 ms,频率为 30 Hz, 35 Hz, 以及脉冲宽度为 1.5 ms,频率为 40 Hz 时弯曲效果较好。对扫描样品的图像采集使用 Olympus 光学显微镜和 JEM-6360LV 扫描电镜,拉曼光谱采集使用英国雷尼绍公共有限公司的 INVIA 拉曼光谱仪,配有 632.8 nm 全息滤光片,光斑大小 $<10 \mu\text{m}$,同时利用丹东射线仪器公司 DX-2 型 X 射线定向仪(精度 $\pm 30''$,最小读数 $10''$,光缝宽度 $500 \mu\text{m}$)对原始和激光主要作用区域进行了表面晶向变化检测。图 1 为弯曲样品照片。

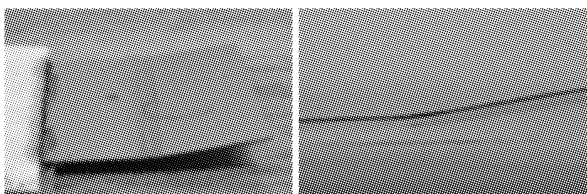


图 1 弯曲样品照片
(加工参数: 35 Hz, 2 ms, 100 mm/min)
Fig. 1 Bent samples by laser pulses
(35 Hz, 2 ms, 100 mm/min)

2.2 表面形貌特征

图 2 为激光扫描及附近区域光学显微镜照片,加工参数为激光脉宽 2 ms,频率 35 Hz,扫描速度 100 mm/min,弯曲后角度约 11° 。如图 2 所示,可以把激光作用后的区域分成三部分。一为边缘区域(Fringe region),可以看到照片中存在较明显的两种结构线,一种平行于扫描方向,另一种与扫描方向有一定的夹角,此区域没有被激光直接作用;二为过渡区域(Transition region),存在很多规则形状突起,此区域处于激光光斑边缘,但由于激光能量在光斑边缘密度较小,并没有形成很强的热作用;三为主作用区域(Main irradiated region),是激光光斑能量的主要作用区域。在此区域可以明显看到波纹状突起,说明在此区域内激光能量可以使硅片表面形成一定深度的熔融区。

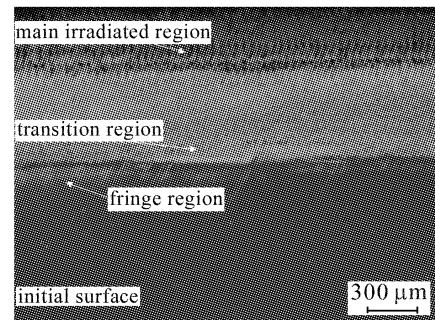


图 2 激光作用区域以及附近形貌
Fig. 2 Appearance of laser-irradiated and ambient regions

3 结果分析与讨论

3.1 形貌变化

由于过渡区域和主作用区域都经历了较强热作用,所以表面形貌变化明显,但背面都没有明显变化。主作用区域是激光能量的集中区域,瞬间会使硅片表层达到很高温度,在表面产生大面积的熔融现象。图 3 是利用光学显微镜和扫描电镜对主作用区域形成的局部放大图像,图 3(a)中波纹状结构之间存在形状不规则的熔融冷却后形貌,同时在波纹状凸起部分有较多黑色斑点,这是微小溅射物所致;图 3(b)中有轮廓的凹坑和许多亮点,前者主要是受到激光作用而形成的熔融状态冷却后形貌,后者是由于小部分表面骤然能量提升产生的小爆破区域,最终形成的微小溅射物。主作用区域形貌的形成,表明扫描过程中激光对硅片表面层的热作用很强。

过渡区域形成的主要原因是因为实际加工过程中激光光斑范围内能量分布的不均匀,导致激光光

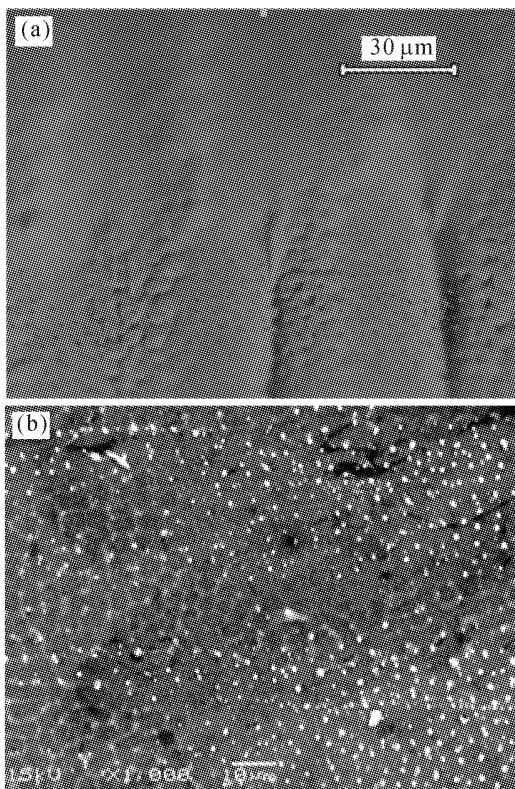


图 3 主作用区域图像

(35 Hz, 2 ms, 100 mm/min)

(a) 光学显微镜图像(500×);(b) 扫描电镜图像(1000×)

Fig. 3 Images of main irradiated region

(35 Hz, 2 ms, 100 mm/min)

(a) image of optics microscope (500×);

(b) image of SEM (1000×)

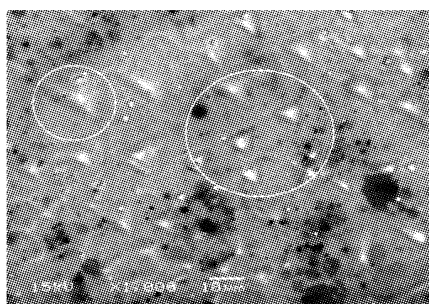


图 4 扫描电镜过渡区域图像

(40 Hz, 1.5 ms, 100 mm/min, 1000×)

Fig. 4 SEM image of transition region

(40 Hz, 1.5 ms, 100 mm/min, 1000×)

斑边缘的能量密度较小,同时考虑到主作用区域的热扩散作用,使得此区域的温度能够维持在硅片塑性变形范围内,导致此区域硅片在局部形成小熔融层,同时由于冷却速度相对较快,弯曲的同时容易形成结构缺陷^[10],故而形成了许多规则结构。从图 4 可以比较明显地看到该结构的形貌特点:绝大多数为等边三角形,中间又有凸起部分,大小一般小于 15 μm,在这里暂且称之为“三棱体”形貌。“三棱

体”形貌除了形状具有一致性外,方向也具有一致性,表明此形貌与原始表面晶面取向有关。此区域还存在熔融痕迹,但并不十分严重。

硅片的晶体缺陷主要表现为位错、堆垛层错、氧化层错和晶体的原生粒子缺陷。通常堆垛层错仅存在于一个晶面上;在{111}晶面上,层错呈分立的相交封闭等边三角形或呈不完全的三角形,而在{100}晶面上,层错呈封闭的或者不完整的正方形^[11]。

由硅片的基本缺陷结构特点以及激光弯曲成形过程,可以判断“三棱体”形貌的形成可能是由堆垛层错和氧化层错共同引起的。激光扫描硅片时,由于激光对硅晶体会比较有强烈的热作用,使得硅晶体产生位错缺陷,而位错缺陷在表面上不断叠加,形成位错密排面,另外由于上表面为空气与硅片的界面,所以位错会在此面不断堆积,同时激光对硅片表面也起到热氧化作用,硅片弯曲的同时使得硅片近表面层长大的堆垛层错显现出来。通过 X 射线定向仪对硅片表面晶面的检测,结合图 5 以及表 1^[12]表明实验所用扫描硅片试样的表面为{111}晶面,而实验中此区域产生的缺陷是等边三角形形状,与{111}晶面产生的层错缺陷结构吻合。“三棱体”形貌的产生说明激光作用使硅晶体在弯曲过程中产生了明显的堆垛层错缺陷。

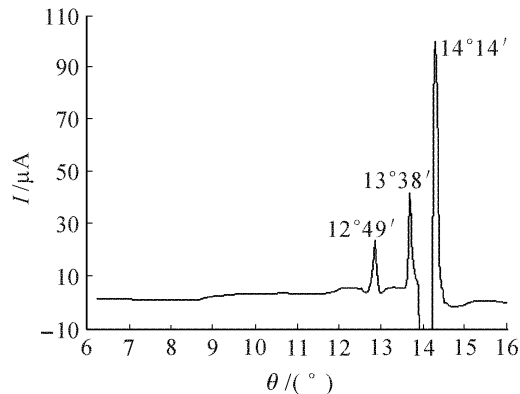


图 5 X 射线晶面定向谱线

Fig. 5 X-ray spectrum of the oriented crystal plane

表 1 单晶硅衍射谱线卡

Table 1 Spectrum card of single-silicon diffraction

θ	hkl	θ	hkl	θ	hkl	θ	hkl
14°13'	111	28°03'	311	11°01'	422	63°47'	620
23°39'	220	34°35'	400	47°29'	511	68°27'	533
53°22'	440	38°11'	331	57°03'	531		

3.2 晶体相变化

用 INVIA 拉曼光谱仪分别采集激光未扫描区

域及主作用区域的拉曼光谱,谱线如图 6 所示。通过图 6 可以发现主作用区域和未扫描区域 520 特征峰位并未发现明显偏移。

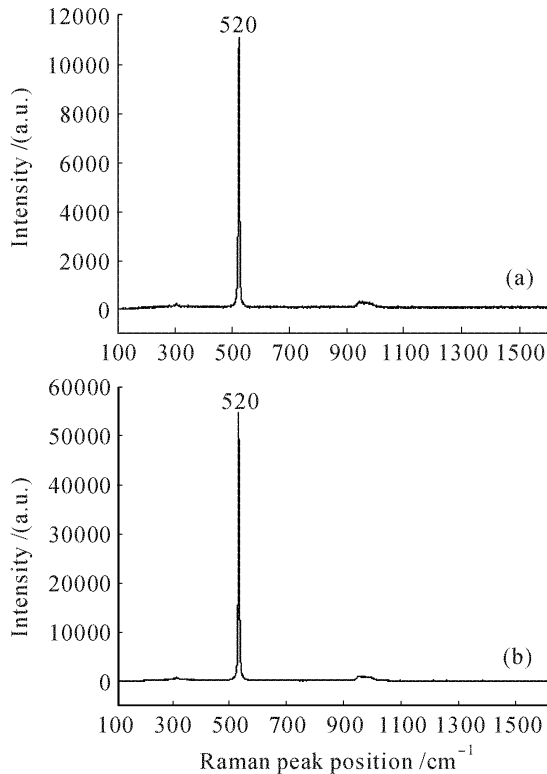


图 6 弯曲硅片拉曼谱线

(a) 未扫描区域;(b) 扫描区域

Fig. 6 Raman spectrum of bent silicon

(a) un-irradiated region; (b) irradiated region

对谱线进行局部放大,发现某些峰位范围有较明显变化(如图 7 所示)。从图 7 中可以发现:400~450 cm⁻¹, 450~500 cm⁻¹, 600~700 cm⁻¹, 800~1000 cm⁻¹峰位四处存在较明显变化,但峰值浮动较小。其中 400~450 cm⁻¹出现的微弱峰值表明存在体心立方结构的 Si-III,但并不是非晶转化^[13];450~500 cm⁻¹峰位处在非晶硅 α-Si 谱线范围内,图中并没有出现新峰位,而是变成峰谷;而 600~700 cm⁻¹,800~1000 cm⁻¹峰位并不是典型的非晶硅 α-Si 峰位区域^[14];520 cm⁻¹,302 cm⁻¹峰值也没有被其他峰值所压制,表明硅晶体在激光扫描后基本保持了原来的相态;同时主峰并没出现明显左移或者右移,峰形对称性保持较好,说明硅片在弯曲成形后几乎没有残余应力^[15]。考虑到典型的非晶硅 α-Si 峰位在 520 cm⁻¹ 峰位左侧,峰值相对于 302 cm⁻¹峰值可以表现出来,因此主作用区域的拉曼谱线表明硅片在激光扫描过程中单晶硅存在微弱 Si-I → Si-III 转化,但并没有典型的非晶硅 α-Si 转变。

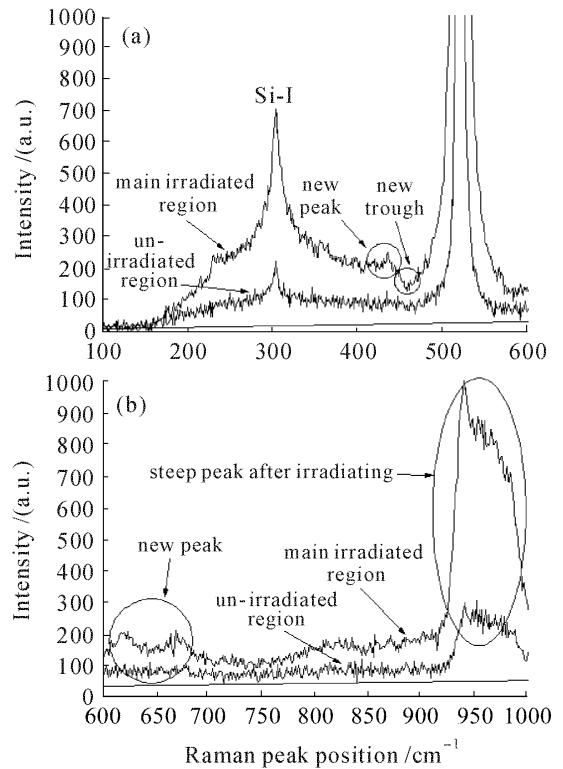


图 7 局部放大的拉曼谱线

(a) 100~600 cm⁻¹频段;(b) 600~1000 cm⁻¹频段

Fig. 7 Partial zooming of Raman spectrum

peak position; (a) 100 to 600 cm⁻¹, (b) 600 to 1000 cm⁻¹

3.3 表面晶向变化

利用 DX-2 型 X 射线晶体定向仪,对扫描区域(包括主作用区域和过渡区域)进行了 X 射线晶面定向,谱线如图 8 所示。通过图 5,发现原始表面 14°14'位置峰值明显,相对于其他峰值表现较强,结合表 1 已经确定原始表面的晶面为{111}面。与理论值误差为 1',是由于硅片夹持过程中角度有微弱的变化所引起的。观察图 8,发现扫描区域的谱线很不规则,发生明显宽化,峰值偏移也很明显。导致 X 射线谱线宽化的原因很多,忽略系统误差产生的

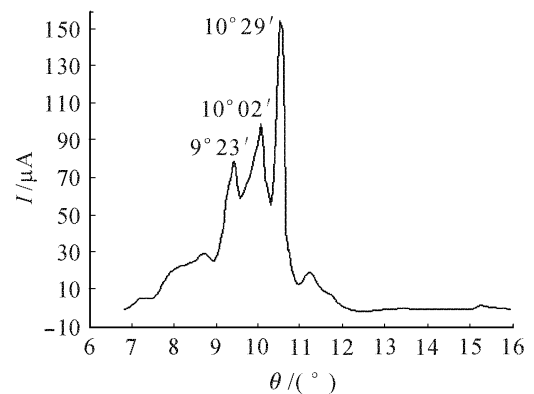


图 8 扫描区域 X 射线晶面定向谱线

Fig. 8 X-ray spectrum of the oriented crystal plane in the irradiated region

宽化, 考虑激光热作用对晶体结构的影响以及光缝宽度所覆盖的区域, 主要存在晶粒细化和晶格畸变。晶粒细化引起的宽化是由于 X 射线的非布拉格角入射和衍射所致; 晶格畸变引起的宽化是由于晶面间距的非均匀性变化致使衍射线产生角位移。布拉格方程为

$$2(d + \Delta d)\sin(\theta + \Delta\theta) = n\lambda, \quad (1)$$

式中 d 为正常晶面间距, Δd 为间距畸变量; θ 为理论半衍射角, $\Delta\theta$ 为偏移角度; n 为整数, 称为衍射级数; λ 为 X 射线波长。由(1)式可以看出, 当 λ, n 一定, d 发生变化时, 即 $\Delta d \neq 0$, 必然会引起半衍射角的变化, 使得 $\Delta\theta \neq 0$, 以满足布拉格方程, 在谱线中表现为谱线宽化和角度偏移。峰值角度偏移除了晶面畸变原因外, 晶体织构现象的存在也会引起角度的偏移。另外由于 SiO_2 的 X 射线特征峰值角度为 $10^\circ 26'$, 而激光加工过程中必然会伴随 SiO_2 产生, 所以峰值也会受到 SiO_2 特征峰的影响。

扫描区域特征峰的变化, 表明硅片在受到激光作用后, 表面晶向发生了明显变化, 说明存在晶粒细化以及晶格畸变等现象。

4 结 论

对激光扫描后的弯曲硅片表面进行了形貌、晶相以及表面晶面取向检测, 结果发现扫描后硅片表面发生了变化:

1) 硅片表面存在三种不同形貌, 即主作用区域、过渡区域和边缘区域。激光能量在主作用区域比较集中, 使硅片表面形成一定深度的熔融层, 表现为明显的波纹状突起以及存在微小溅射物; 过渡区域并不产生大面积的熔融层, 表现为规则的“三棱体”形貌, 表明此区域在弯曲后存在明显的堆积层缺陷。

2) 在主作用区域没有发现典型的非晶硅 α -Si 转变, 只存在微弱的 Si-I \rightarrow Si-III 转化, 同时几乎不存在残余应力。

3) 通过 X 射线谱图信息分析, 发现扫描区域的晶向相对于原始表面变化明显, 并伴有晶粒细化以及晶格畸变等现象。

4) 激光作用区域的力学和机械性能还需深入分析, 从而确定弯曲硅片的性能指标, 以适应功能器件的性能要求。

参 考 文 献

- Guan Yanjin, Sun Sheng, Zhao Guoqun *et al.*. Study on relationship between material properties and bending angles in laser forming process of sheet metals [J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(4):499~504
管延锦, 孙 胜, 赵国群 等. 材料性能参数与板料激光弯曲成形角度的相关性研究[J]. *中国激光*, 2004, **31**(4):499~504
- Liu Shunhong, Hu Qianwu, Zhou Longzao *et al.*. Investigation on microstructure and property of laser bent Ti-7Al-2Zr-2Mo-2V [J]. *Chinese J. Lasers*, 2002, **A29**(11):1049~1053
刘顺洪, 胡乾午, 周龙早 等. 激光弯曲成形 Ti-7Al-2Zr-2Mo-2V 的组织及性能研究[J]. *中国激光*, 2002, **A29**(11):1049~1053
- Chen Dunjun, Xiang Yibin, Wu Shidun *et al.*. Curved laser bending of titanium alloy sheets and effects of heat radiation on its microstructure and property [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2001, **37**(6):643~646
陈敦军, 向毅斌, 吴诗淳 等. 钛合金板料激光曲线弯曲及热辐射对其组织性能的影响[J]. *金属学报*, 2001, **37**(6):643~646
- Joachim Frühauf, Eva Gärtner, Erhard Jansch. Silicon as a plastic material [J]. *J. Micromesh Microeng*, 1999, **9**:305~312
- J. Frühauf, E. Gärtner, E. Jansch. New aspects of the plastic deformation of silicon-prerequisites for the reshaping of silicon microelements [J]. *Appl. Phys. A*, 1999, **68**(6):673~679
- U. Löschner, H. Exner, E. Gärtner *et al.*. Laser bending of silicon [C]. *SPIE*, 2003, **4977**:86~93
- H. Exner, U. Löschner. Contactless laser bending of silicon microstructures [C]. *SPIE*, 2003, **5116**:383~392
- X. Richard Zhang, Xianfan Xu. Finite element analysis of pulsed laser bending: the effect of melting and solidification [J]. *J. Appl. Mechanics*, 2004, **71**(3):321~326
- X. Richard Zhang, Xianfan Xu. Laser bending for high-precision curvature adjustment of micro cantilevers [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2005, **86**(2):021114-1~021114-4
- H. Nishizawa, F. Hori, R. Oshima. Lattice defects in silicon rapidly solidified from the melt [J]. *Physica B*, 1999, **273-274**:383~386
- Zhang Juezong. *The Machining Technology of Single-Silicon Polishing Wafer* [M]. Beijing: Chemical Industrial Press, 2005
张厥宗. *硅单晶抛光片的加工技术* [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005
- Liu Laibao, Zhao Jiu. *The Method of Crystal Quick Direction with X-Ray Equipment* [M]. Hefei: University of Science and Technology of China Press, 2001
刘来保, 赵 久. *应用 X 射线定向仪的晶体快速定向法* [M]. 合肥: 中国科学技术大学出版社, 2001
- Li Xiaocheng, Lü Jinjun, Yang Shengrong. Phase transformation and brittle-ductile behavior of single crystal silicon under lubrication [J]. *Tribology*, 2006, **26**(2):113~116
李小成, 吕晋军, 杨生荣. 润滑介质对单晶硅相变与脆塑行为的影响[J]. *摩擦学学报*, 2006, **26**(2):113~116
- Zhang Yinxia. Study on the surface layer damage of monocrystalline silicon wafer induced by ultra-precision grinding [D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2006
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
- Cheng Guangxu. *Ramam-Brillouin Scattering: Principle and Applications* [M]. Beijing: Science Press, 2001
程光煦. *拉曼-布里渊散射——原理及应用* [M]. 北京: 科学出版社, 2001