

Scratching Test에 의한 단결정 실리콘의 기계적 손상거동

김현호 · 정성민 · 이홍림[†]
연세대학교 세라믹공학과
(2002년 12월 27일 접수; 2003년 1월 18일 승인)

Mechanical Damage Behavior of Single Crystalline Silicon by Scratching Test

Hyun-Ho Kim, Seong-Min Jeong, and Hong-Lim Lee[†]

Department of Ceramic Engineering, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea
(Received December 27, 2002; Accepted January 18, 2003)

초 록

스크래칭 시험(scratching test)을 이용하여 단결정 실리콘의 수직하중에 대한 마찰계수, AE(Acoustic Emission) 신호와 굽힌 자취의 미세균열을 관찰하고 그 결정구조를 분석하였다. 스크래칭 시험은 하중인가속도(loading rate)를 100 N/min으로 하고 스크래칭 속도(scratching speed)를 1, 3, 6, 10 mm/min의 4가지로 하여 최대 30 N이 될 때까지 행하였다. 그 결과, 수직하중 또는 스크래칭 속도가 증가할 때 마찰계수, AE, 균열밀도는 증가하는 경향을 나타내었다. 스크래칭 자취에 대한 마이크로 라만 분광법을 이용한 결정구조 분석결과, 스크래칭 속도가 느린 조건에서 압력인가에 따른 실리콘의 다이아몬드 구조에서 다른 고압상의 구조로의 상전이 현상을 관찰할 수 있었다.

ABSTRACT

COF(Coefficient Of Friction), AE(Acoustic Emission), micro-cracks and crystal structure of the single crystalline silicon were investigated according to the induced normal load during scratching test. Scratching tests were performed with the loading rate of 100 N/min and various scratching speeds of 1, 3, 6, 10 mm/min from 0 up to 30 N of the maximum normal load. In consequence, COF, AE and crack density were observed to increase with increasing normal load or increasing scratching speed. Phase transformations from the silicon diamond structure to other structures were observed in the scratched grooves for the slow scratching speeds using micro-Raman spectroscopy.

Key words : Silicon, Scratching test, Micro-Raman spectroscopy, AE(Acoustic Emission), Phase transformation

1. 서 론

반도체 공정에서 가장 널리 사용되는 실리콘은 단결정 성장된 잉곳(ingot)에서부터 일련의 기계적인 가공 공정을 거쳐 웨이퍼 제품으로 만들어진다. 최종 웨이퍼 제품에서는 무결함(defect free)의 표면이 요구되며, 따라서, 웨이퍼 가공 공정에서의 공정조건의 제어는 매우 중요하다. 실리콘은 세라믹스로서 취성파괴를 일으키는 물질이므로 무결함의 표면을 얻을 수 있는 가공조건을 찾기가 쉽지 않으나, 최근의 '연성영역가공(ductile regime machining)'은 무결함의 표면을 얻을 수 있는 가공법으로 최근 많은 연구가 되고 있다.¹⁻³⁾

취성재료에 대한 미세균열이나 파괴와 같은 기계적 손상과 연성영역가공을 이해하기 위한 single-point diamond

machine¹⁾이나 scratch 시험기^{2,3)}를 통한 연구가 있었다. 특히, 스크래칭 시험을 이용하면 점진적인 하중 증가 방법을 사용할 수 있어서 균열 발생 지점에 대한 하중을 알 수 있고, 선택적인 위치에 대한 관찰이 가능하다.³⁾

가공된 표면 및 단면^{4,5)}과 chip^{2,6)}에 대하여 광학현미경, 주사전자현미경(SEM; Scanning Electron Microscope), 투과전자현미경(TEM; Transmission Electron Microscope) 등을 이용하여 기계적인 손상이 연구되고 있으며, 라만 분광법(Raman spectroscopy)은 재료의 응력과 상변화를 조사하는데 사용되고 있다.^{7,8)} 라만 분광법을 통하여 실리콘의 압입에 의한 응력분포⁹⁾와 평면응력에서 실리콘 웨이퍼의 잔류응력의 정량화가 이루어졌으며,¹⁰⁾ 기계가공 후의 반도체의 내부응력에 대하여도 연구된 바 있다.¹¹⁾ 또한, 단결정 실리콘에 대한 가공손상 인가후의 마이크로 라만 분광법을 이용한 상변화의 분석이 이루어졌고,¹²⁾ 기계적인 손상을 마이크로 라만 분광법을 이용하여 가공 조건의 변화에 대한 상변화와 잔류응력에 대해서도 연구되고 있다.²⁾

본 연구에서는 반도체 산업에서 가장 많이 사용되고 있

[†]Corresponding author : Hong Lim Lee
E-mail : htm@yonsei.ac.kr
Tel : +82-2-2123-2849 Fax : +82-2-365-5883

는 취성재료인 실리콘의 기계적인 특성을 관찰하고, 스크래칭 시험을 이용하여 스크래칭 속도와 하중인가속도의 변화에 실시간으로 측정되는 마찰계수와 AE(Acoustic Emission) 신호를 통해 균열과의 상관 관계를 조사하고, 압력 인가시에 발생하는 균열의 양상과 기계가공 조건에 따른 상변화를 분석하였다.

2. 실험방법

초크랄스키법으로 <100> 방향으로 단결정 성장시킨 상용의 8인치(200 mm) 실리콘 웨이퍼에서 2×2 cm 크기의 시편을 얻었다. 8인치 실리콘 웨이퍼의 평균두께는 725 μm 였다. 또한, 같은 <100> 방향으로 배향된 실리콘 잉곳에서 직접 1×1×1.5 cm 크기로 잘라내어 조연마(lapping)한 블록(bulk) 시편을 얻었다.

Fig. 1에서 나타낸 바와 같이, 스크래칭 시험은 지름 20 μm 의 반구형 다이아몬드 팁을 장착한 박막 scratch tester (C SEM Revetest, CSEM Instruments, Switzerland)를 사용하여 <110>방향으로 점진적으로 0에서 30 N까지 수직하중을 증가시키면서 행하였다. 이때, 스크래칭 속도의 영향을 고려하기 위하여 1, 3, 6, 10 mm/min의 네 가지 속도에서 실험을 행하였으며 하중인가속도는 모두 100 N/min으로 하였다.

또한, 하중인가속도의 영향을 분석하기 위하여 1 mm/min과 10 mm/min의 스크래칭 속도에 대하여 각각 30 N/min과 100 N/min로 하중인가속도를 적용하여 실험하였다.

이와 같은 스크래칭 실험에서부터 시간에 대한 수직하중, 마찰계수, 마찰력, AE 신호를 얻었다.

스크래칭 실험에 의한 자취에 대하여 광학현미경으로 깊은 자취의 파괴양상을 분석하고 자취가 처음 관찰되는 부분, 첫 균열발생지점의 전후, 최대수직하중 인가부분에 대해서는 마이크로 라만 분광기(micro Raman spectroscopy);

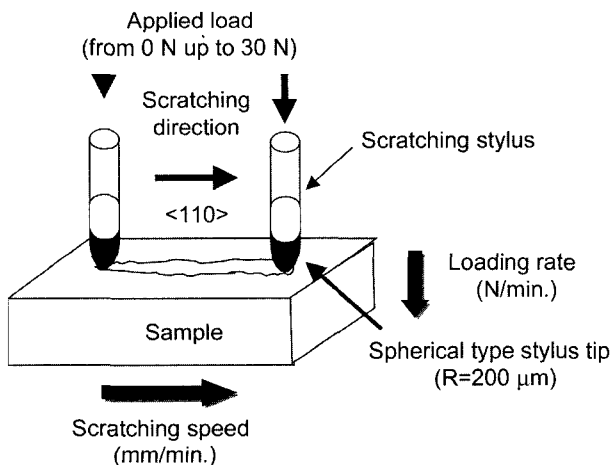


Fig. 1. Schematic drawing of scratching system.

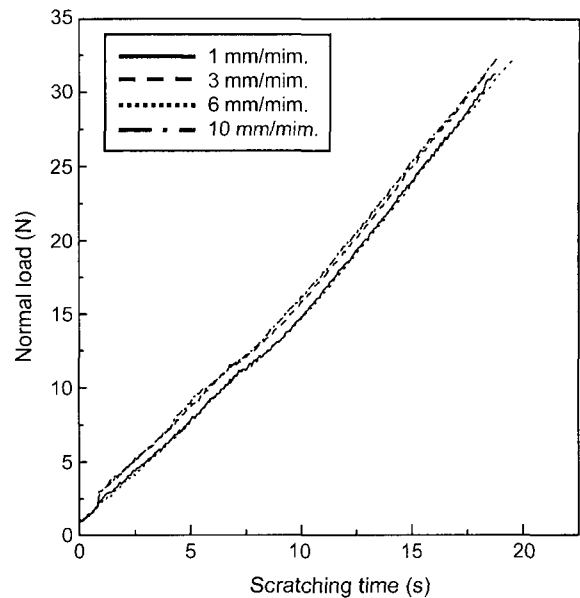


Fig. 2. Normal load as a function of time under scratching test.

Jobin Yvon Spex T64000, France)를 사용하여 실리콘의 결정구조를 분석하였다. 라만 분광법의 레이저소스로는 514.532 nm 파장의 Ar 이온 레이저를 사용하였고, 해상도는 1 μm 였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2에서 여러가지 스크래칭 속도에서의 시간에 따른 수직하중의 변화를 나타내었다. 스크래칭 시험에 의하여 시간에 따른 수직하중, 마찰계수, 마찰력, AE 신호가 함께 얻어진다. Fig. 2에서 보이는 바와 같이 모든 조건에서 수직하중값은 시간에 따라서 직선적으로 증가하는 것으로 나타났다. 따라서, 마찰계수, 마찰력, AE 신호는 모두 수직하중에 따른 변화량으로 나타낼 수 있다.

Fig. 3은 스크래칭에 의하여 생성된 시편 표면의 미세균열 사진이다. 스크래칭 속도 1 mm/min과 10 mm/min에 대해서 굽힌 자취의 시작부분, 처음 균열이 생성된 부분, 최대하중이 인가된 부분에 대한 광학 현미경 사진이다. 스크래칭 속도가 증가할수록 더 많은 균열이 나타났고, 수직하중이 증가할수록 미세균열은 증가하는 것으로 나타났다.

Fig. 4에서는 여러가지 스크래칭 속도에서의 수직하중에 따른 마찰계수의 변화를 나타내었다. 마찰계수는 스크래칭 속도의 영향으로 스크래칭 속도가 빠를수록 높은 값을 갖는 것으로 나타났다. 스크래칭 자취의 시작부분에서의 높은 마찰계수 값은 정지마찰(static friction)상태에서 기인하는 정지마찰계수(coefficient of static friction)를 의미하며, 이의 부분에서의 낮은 마찰계수는 운동마찰(dynamic

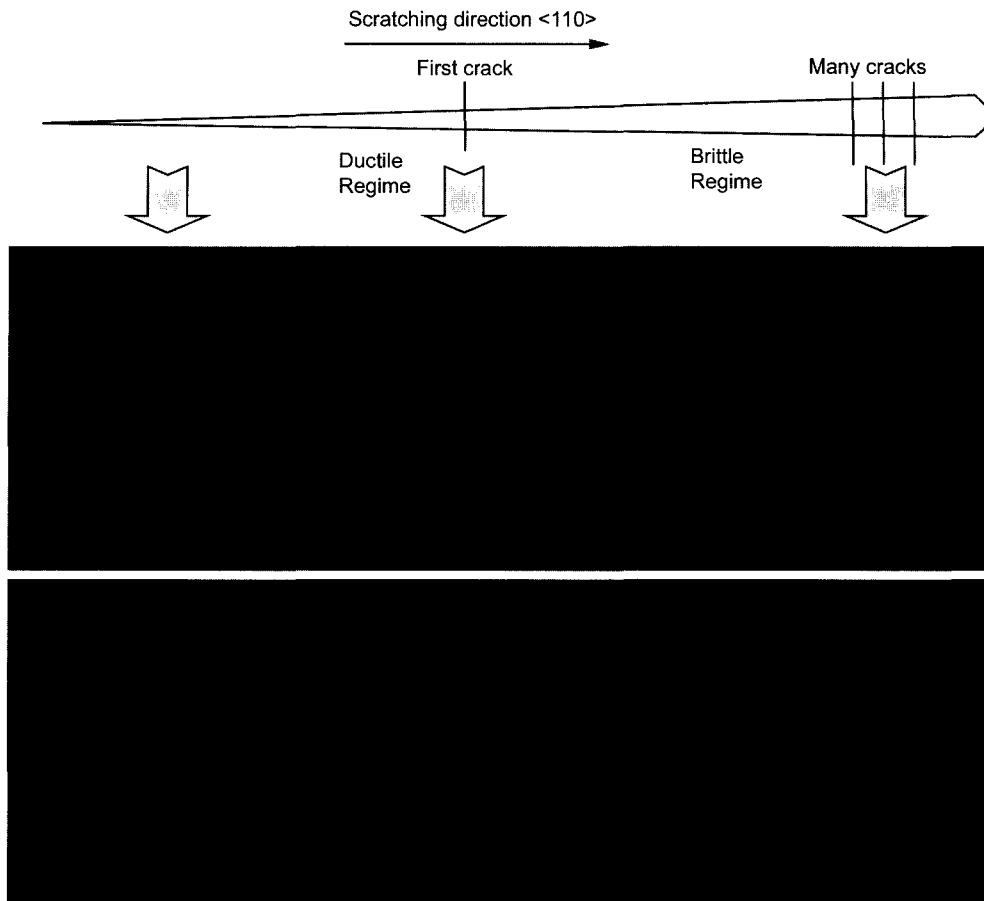


Fig. 3. Scratched grooves for silicon wafers during scratching along <110> direction with the loading rate of 100 N/min up to 30 N by the scratching speeds of (a) 1 mm/min and (b) 10 mm/min.

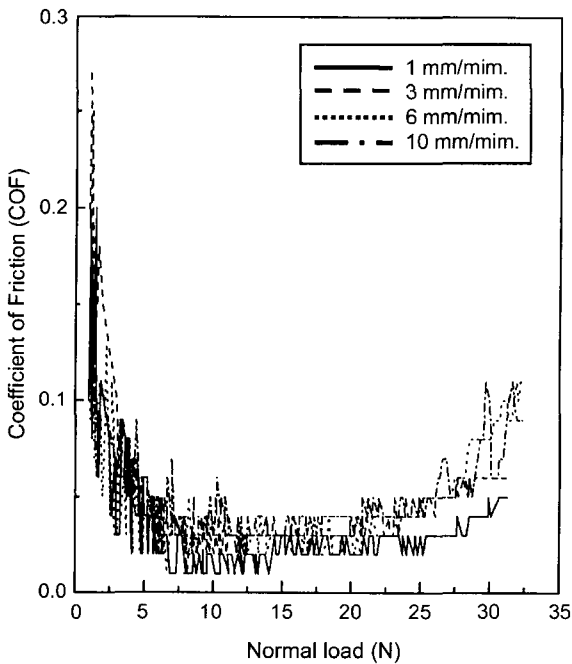


Fig. 4. Coefficient of friction as a function of normal load under scratching test.

friction)상태의 운동마찰계수(coefficient of dynamic friction)를 의미하는 것으로 해석할 수 있다. 일반적으로 정지마찰계수가 운동마찰계수보다 큰 값을 가지며,¹³⁾ 본 실험에서도 최대정지마찰계수가 0.2 정도로 나타난 반면 운동마찰계수는 0.05 내외의 값을 나타내는 것으로 나타났다. 또한, 균열이 발생하기 시작하면서부터 마찰계수는 점차 증가하는 양상을 보여주고 있는데, 이것은 미세균열에 의한 새로운 표면생성에 의한 응착력(adhesion force)의 증가와 표면에서 뜯겨져 나온 마모입자(wear particle)에 의한 plowing 현상에 의하여 마찰계수가 증가하는 것으로 해석된다.

Fig. 5에서는 여러가지 스크래칭 속도에 대한 수직하중에 따른 AE 신호의 변화를 나타내었다. Fig. 4에서 나타난 바와 같이 AE 신호는 스크래칭의 초기에 다소 큰 값을 갖다가 중간부분에서 감소한 후에 다시 수직하중이 증가할수록 점차 다시 증가하는 양상을 나타내었다. 낮은 수직하중 하에서의 AE 신호의 상대적으로 큰 값은 모터의 진동에 기인하는 백그라운드 소음(background noise)이라고 이해된다.¹⁴⁾ 일반적으로 AE 신호는 균열의 생성 및

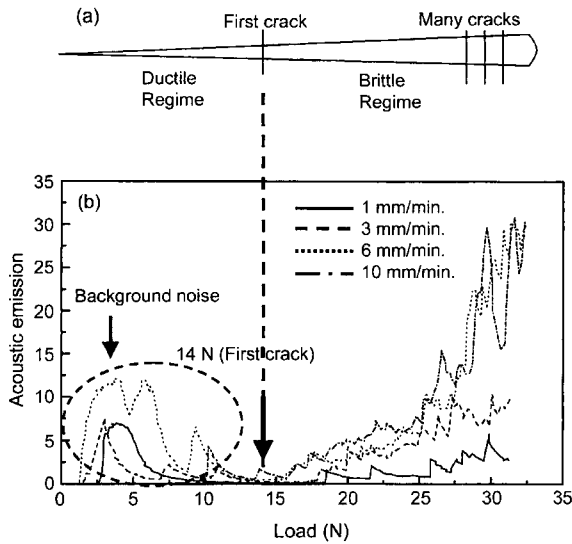


Fig. 5. Correlation between acoustic emission and crack production according to the load induced on the silicon wafers. (a) a schematic of the scratch production (b) AE signals for various scratching speeds.

전 파와 연관이 되므로 균열이 생성되기 시작한 이후에서의 AE 신호의 증가는 미세균열의 생성에 기인하는 것으로 이해된다. 따라서, AE 신호는 표면손상의 측정척도로 사용할 수 있다.

한편, Fig. 4에서 밝힌 바와 같이 미세균열의 증가는 마찰계수를 증가시키며, 이 결과는 Fig. 5의 결과와 비교하여 고찰할 수 있다. 즉, 마찰계수와 AE 신호는 첫 균열 생성 이후에서는 거의 유사한 거동을 나타냈으며, 이것은 미세균열의 생성이 이 두 가지 신호에 결정적인 영향을 미치고 있다는 증거이다. 또한 Figs. 2, 4, 5에서 공통적으로 보이는 바와 같이, 10 mm/min의 가장 빠른 스크래칭 조건에서 가장 많은 균열이 생성됨을 관찰할 수 있었으며, 이것으로 재료 가공속도가 증가할수록 재료에는 더 많은 균열이 생성된다고 할 수 있다.

한편, 실리콘은 대기압 하에서 다이아몬드 구조를 갖는 결정질 실리콘에 압력을 인가하면, 실리콘은 구조적인 전이과정을 거치며, 다이아몬드 구조의 Si-I 이외에도 다른 구조를 갖는 11가지의 동질이상체가 지금까지 실험적으로 확인되고 있다.¹⁵⁾ 실제 실리콘의 기계적인 가공에서는 Si-I이 고압 하에서 체심정방구조(BCT: Body Centered Tetragonal)를 갖는 Si-II로 전이하였다가 압력이 제거되면 체심입방구조(BCC: Body Centered Cubic)의 Si-III나 능면체구조(rhombohedral)의 Si-XII로 전이된다고 보고되어 있다. Si-II는 금속성의 연성(ductility)을 갖는 구조이므로, 취성 재료인 실리콘의 가공에서 연성영역가공이라고 불리는 가공방법에 사용된다. 그러나, Si-II는 고압 하에서만 존재하는 결정구조로서 일반적인 표준상태의 실리콘에서는 관

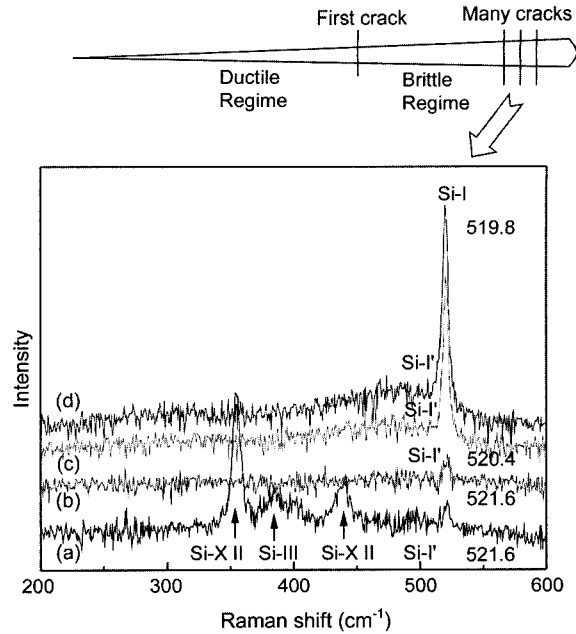


Fig. 6. Micro-Raman peaks for silicon wafers in scratching along <110> direction at maximum load induced points with the loading rate of 100 N/min up to 30 N and with the scratching speed: (a) 1 mm/min, (b) 3 mm/min, (c) 6 mm/min and (d) 10 mm/min.

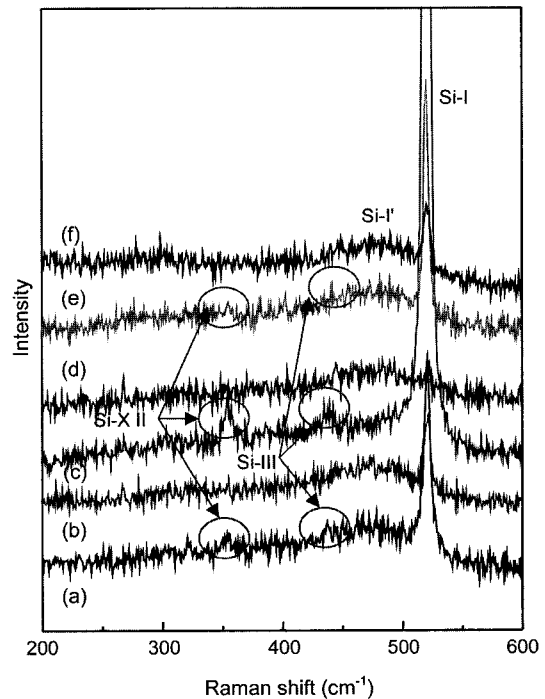


Fig. 7. Raman spectroscopy for silicon under scratching along <110> with the loading rate of 30 N/min and scratching speeds: (a) 1 mm/min, (b) 10 mm/min, (c) 1 mm/min, (d) 10 mm/min and also with the loading rate of 100 N/min and scratching speeds: (e) 1 mm/min, (f) 10 mm/min. (a)-(b) were the bulk silicon and (c)-(f) were the wafer.

찰할 수 없다. 그러나, Si-III와 Si-XII의 존재가 확인된다면 Si-II의 존재사실을 간접적으로 증명할 수 있다.

Fig. 6에서는 스크래칭 자취에 대한 결정학적 구조분석을 위하여 스크래칭 자취 중에 최대하중이 인가되는 부분에 대하여 마이크로 라만 분광법을 사용하여 상분석을 행하였다. Fig. 6에서 보이는 바와 같이, 가장 느린 스크래칭 속도조건(1 mm/min)에서 Si-III와 Si-XII의 특성 peak가 존재하는 것으로부터 스크래칭 도중에 Si-II가 존재하였음을 확인할 수 있었으며, 3 mm/min 이상의 가공 속도에서는 비정질 구조의 a-Si과 Si-I만이 관찰되었다. 이것은 Si-II가 형성되지 않는 것을 의미하므로, 이러한 결정상 변화의 관찰을 통하여 연성가공은 느린 속도의 가공방법이 유리하다는 것을 알 수 있었다.

Fig. 7에서는 실리콘 스크래칭 시험에 있어서의 수직하중 인가속도의 결정상 변화에 미치는 영향을 분석하기 위하여 앞의 실험과 하중인가속도를 30 N/min로 느리게 인가한 경우와 비교한 결과를 나타내었다. 마이크로 라만 분광법을 이용한 결정구조 분석결과, 30 N/min와 100 N/min로 수직하중인가속도를 다르게 한 것은 큰 차이를 발견하지 못했다.

따라서, 본 연구에서 얻은 마찰계수, AE 신호, 표면균열 및 결정구조의 분석결과로부터 빠른 속도의 가공에서 보다 느린 속도의 가공에서 가공결함을 줄일 수 있음을 알 수 있다.

4. 결 론

스크래칭 시험을 통해 얻어진 시간에 대한 수직하중과 수직하중에 대한 마찰계수, AE 신호를 통해서 스크래칭 속도에 대한 영향을 관찰할 수 있었다. 스크래칭 자취에 대한 미세균열의 분석결과와 비교 분석해 본 결과, 1 mm/min의 느린 스크래칭 속도에서 마찰계수와 AE 신호는 모두 낮은 값을 나타내었으며, 미세균열 분석결과, 스크래칭 속도가 증가할수록 심한 파괴양상을 나타냈다. 마이크로 라만 분광법을 이용한 상변화의 분석결과, 1 mm/min의 스크래칭 속도에서 Si-III와 Si-XII가 관찰되어, Si-II(β -tin) 상의 형성을 간접적으로 확인하였다. 따라서, 스크래칭 시험법으로 단결정 실리콘에 대한 재료의 무결함 가공조건은 느린 속도의 가공방법이 유리하다는 것을 확인하였다.

REFERENCES

1. J. C. Morris, D. L. Callahan, J. Kulik, J. A. Patten, and R. O. Scattergood, "Origins of the Ductile Regime in Single-point Diamond Turning of Semiconductors," *J. Am. Ceram. Soc.*, **78** [8] 2015-20 (1995).
2. Y. Gogotsi, G. Zhou, S. S. Ku, and S. Cetinkunt, "Raman Microspectroscopy Analysis of Pressure-induced Metallization in Scratching of Silicon," *Semicon. Sci. Tech.*, **16** 345-52 (2001).
3. S. M. Jeong, H. S. Oh, S. E. Park, and H. L. Lee, "Phase Transformation of Single Crystalline Silicon by Scratching," *Jpn. J. Appl. Phys.*, in press.
4. W. S. Blackley and R. O. Scattergood, "Crystal Orientation Dependence of Machining Damage-a Stress Model," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** [10] 3113-15 (1990).
5. D. E. Kim and N. P. Suh, "Plastic Deformation of Silicon During Contact Sliding at Ambient Temperature," *J. Mater. Sci.*, **28** [14] 3895-99 (1993).
6. K. E. Puttick, C. Jeynes, M. Rudman, A. E. Gee, and C. L. Chao, "Surface Damage in Nanomachined Silicon," *Semicon. Sci. Tech.*, **7** 255-59 (1992).
7. Y. Gogotsi, M. S. Rosenberg, A. Kailer, and K. G. Nickel, "Tribology Issues and Opportunities in MEMS," Ed. by B. Bhushan, pp. 431-42, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1998.
8. J. Verhey, U. Bismayer, B. Guttler, and H. Lundt, "The Surface of Machined Silicon Wafer: a Raman Spectroscopic Study," *Semicon. Sci. Tech.*, **9** 404-08 (1994).
9. M. Bowden and D. J. Gardiner, "Stress and Structural Images of Microindented Silicon by Raman Microscopy," *Appl. Spectrosc.*, **51** [9] 1405-09 (1997).
10. S. Narayanan, S. R. Kalidindi, and L. S. Schadler, "Determination of Unknown Stress States in Silicon Wafers Using Microlaser Raman Spectroscopy," *J. Appl. Phys.*, **82** [5] 2595-2602 (1997).
11. Z. Hang, H. Shen, and F. H. Pollack, "Comprehensive Investigation of Polish-induced Surface Strain in <100> and <111> GaAs and InP," *J. Appl. Phys.*, **64** [6] 3233-42 (1988).
12. H. S. Oh, S. M. Jeong, H. H. Kim, S. E. Park, and H. L. Lee, "Phase Transition of Single Crystal Silicon by Scratching Test," *Kor. J. Crystallography*, **12** [2] 102-12 (2001).
13. R. P. Feynman, R. P. Leighton, and M. Sands, "The Feynman Lectures on Physics," Vol. 1, pp. 12-5, Addison-wesley Publishing Company, Massachusetts, 1975.
14. J. von Stebut, F. Lapostolle, M. Bucsa, and H. Vallen, "Acoustic Emission Monitoring of Single Cracking Events and Associated Damage Mechanism Analysis in Indentation and Scratch Testing," *Surf. Coat. Tech.*, **116-119** 160-71 (1999).
15. A. George, "High Pressure Phases of c-Si," pp. 104-07 in properties of Crystalline Silicon. Edited by Robert Hull, EMIS Data reviews Series No. 20, INSPEC, UK 1999.