

Caractérisation des contraintes résiduelles dans les substrats de silicium cristallin pour le photovoltaïque

F. JAGAILLOUX^a, A. CHABLI^{b,c}, J.C. DUPRÉ^a, J.D. PENOT^{b,c}, V. VALLE^a

a. Université de Poitiers, Département D3 axe PEM fabien.jagailoux@univ-poitiers.fr

b. Univ. Grenoble Alpes, INES, Le Bourget du Lac amal.chabli@cea.fr

c. CEA, LITEN, Department of Solar Technologies, Le Bourget du Lac

Résumé :

Le silicium obtenu par croissance cristalline de lingots massifs est la matière la plus utilisée dans l'industrie du photovoltaïque (PV). Outre les contraintes thermiques apparaissant durant la croissance, les techniques de mise en forme des lingots en substrats induisent des contraintes résiduelles faibles mais néfastes lors de la fabrication des cellules solaires. Le but de l'étude est de caractériser ces contraintes résiduelles afin d'améliorer le procédé de fabrication des substrats. La photoélasticimétrie infrarouge apparaît comme une méthode puissante pour la mesure de ces champs de contraintes faibles (quelques MPa) de façon non-destructive, sans contact et in-situ à l'échelle du substrat. Un banc de mesure a été mis en place afin de mener à bien l'étude. Les origines des contraintes résiduelles ont été dissociées et différents procédés de découpes ont été comparés.

Abstract:

During the fabrication of crystalline silicon wafers for solar panels, destructive residual stresses are induced. Both thermal gradient (cast or Czochralski process) and cutting processes (slurry or diamond wire based processes) bring these global stresses. Photoelasticimetry appears as a powerful method able to measure this low level of stresses. As an optical technique, it is non-destructive, contactless and it may be used in-situ. A full field automatic infrared polariscope has been made to study the residual stresses at the wafer level. The origin of the residual stresses has been dissociated. Two different cutting processes are mechanically compared.

Mots clefs : Photoélasticimétrie, Silicium cristallin, Contraintes Résiduelles, Découpe Diamant, Découpe Slurry

1 Introduction

Les substrats de silicium les plus répandus dans le domaine des applications solaires photovoltaïques sont sous forme cristalline (monocristalline (sc-Si) ou polycristalline (mc-Si)) avec des épaisseurs d'environ 180µm. Ils sont issus du sciage de lingots monocristallins, réalisés par la méthode

Czochralski, ou de lingots polycristallins, obtenus par fonderie en solidification dirigée. Le silicium cristallin est de structure cubique diamant avec des caractéristiques mécaniques anisotropes rigides [1] (comparable à certains aciers). De plus il a la particularité d'être semi-transparent aux longueurs d'onde infrarouges à partir du proche infrarouge (900 nm) et biréfringent (anisotropie optique induite par les contraintes) [2].

Les procédés les plus courants de découpe des lingots en substrats utilisent un fil d'acier diamanté (découpe *diamant*) ou un fil d'acier transportant une suspension abrasive de SiC (découpe *slurry*). Tout au long du procédé de fabrication, des contraintes mécaniques sont engendrées dans les lingots ainsi que dans les substrats. Les contraintes d'ordre local sont en général dues aux impuretés par interaction avec les défauts cristallographiques ou par la formation de précipités du type SiC, SiO₂ ou Si₃N₄. Elles se situent au niveau des joints de grains en tant que défauts intergranulaires [3] et sont de l'ordre de 20 MPa [4]. Lors du procédé de fonderie, le point de fusion étant haut (1414°C), un gradient thermique se manifeste dans le lingot durant sa fabrication. Il en découle des contraintes globales résiduelles après refroidissement. La découpe des lingots entraîne aussi des contraintes résiduelles globales en surface. Sur des épaisseurs de wafers aussi faibles, des contraintes relativement fortes peuvent être facilement générées par l'érouissage de la surface, des effets d'oxydation dus à la découpe ou bien les imperfections de guidage des fils. Ces contraintes résiduelles peuvent être gênantes lors des étapes de fabrication des cellules. De plus elles diminuent la durée de vie de celles-ci après leur mise en fonctionnement. Aujourd'hui peu de méthodes de mesure de contraintes en champ complet permettent de mesurer des valeurs aussi faibles dans le silicium (quelques MPa) [5]. La mesure optique en transmission par photoélasticimétrie bidimensionnelle peut être utilisée afin de caractériser ces contraintes dans les substrats. Le but de la présente étude est de mesurer ces contraintes résiduelles à partir d'un polariscope infrarouge appliqué aux substrats de silicium et de dissocier leurs origines. Pour cela, un banc spécifique automatisé a été développé. Il permet de mesurer l'orientation d'une des contraintes principales dans le plan à partir d'une configuration de polariscope rectiligne et la différence des contraintes à partir d'une configuration circulaire et elliptique. Tous les éléments optiques sont adaptés à des longueurs d'onde du proche infrarouge (940 nm).

2 La photoélasticimétrie

La photoélasticimétrie est une méthode non intrusive, in situ et non destructive capable de quantifier des champs complets de contraintes de faibles valeurs. Cette méthode permet par la mesure des variations d'indice optique de remonter à la différence des contraintes principales σ_1 et σ_2 et à une des directions principales θ dans les matériaux biréfringents par les lois de Maxwell :

$$(\sigma_1 - \sigma_2) = \frac{\lambda \cdot \varphi}{2\pi \cdot C(\psi, \theta) \cdot e} \quad \text{Éq. (1)}$$

Où λ est la longueur d'onde utilisée, e est l'épaisseur de l'échantillon et φ est le retard de phase directement proportionnel aux variations d'indices optiques n_1 et n_2 :

$$\varphi = \frac{2\pi \cdot e}{\lambda} (n_1 - n_2) \quad \text{Éq. (2)}$$

Afin de calculer la différence des contraintes principales, il est nécessaire de connaître le coefficient photoélastique $C(\psi, \theta)$ du matériau déterminé par un essai de flexion trois points sur une poutre [6]. Le silicium étant un cristal mécaniquement anisotrope, la valeur du coefficient photoélastique dépend de l'orientation cristalline ψ ainsi que de l'orientation θ des contraintes principales. Un tenseur de rang deux et d'ordre quatre le représente [2].

Le retard de phase φ est déterminé à partir des intensités lumineuses I_1 à I_4 mesurées dans 4 configurations de polariscope précisées dans le tableau 1 [7] :

$$\varphi = \arctan 2 \left(\frac{I_3 - I_4}{(I_1 - I_2) \cos(2\theta)} \right) \quad \text{Éq. (3)}$$

Le banc de photoélasticité utilise deux lames à retard de phase (QP et QA) en plus des polariseurs afin de collecter les intensités lumineuses en champ circulaire et elliptique :

Tableau 1 : Expression des intensités lumineuses recueillies pour les 4 configurations de polariscope

Polariseur	QP	QA	Analyseur	Intensité*
$\pi/2$	$\pi/4$	$\pi/4$	0	$I_1 = I_b - I_0 \cos(\varphi)$
$\pi/2$	$\pi/4$	$\pi/4$	$\pi/2$	$I_2 = I_b + I_0 \cos(\varphi)$
$\pi/2$	$\pi/4$	$\pi/2$	$\pi/2$	$I_3 = I_b + I_0 \sin(\varphi) \sin(2\theta)$
$\pi/2$	$\pi/4$	$3\pi/4$	$3\pi/4$	$I_4 = I_b - I_0 \sin(\varphi) \sin(2\theta)$

* I_b : Intensité du bruit de fond du détecteur ; I_0 : Intensité lumineuse incidente

Enfin, une procédure de modulation de phase basée sur l'algorithme de Cooley-Tukey, permet d'extraire le paramètre isocline, correspondant à l'orientation θ d'une des contraintes principales [8]. Le banc de photoélasticimétrie mis en place calcule les orientations des contraintes à partir d'une configuration de polariscope rectiligne en champ sombre et de l'acquisition de 32 images successives sur un tour complet des polariseurs. L'instrument et la méthodologie de mesure sont décrits plus précisément dans la référence [9]. Le banc d'essai totalement automatisé assure une précision de l'ordre de 0.1° par incrément de rotation.

3 Application aux substrats silicium monocristallin

3.1 Provenance des contraintes résiduelles

Compte tenu de la complexité de l'obtention des contraintes, cette première étude se focalise sur des substrats monocristallins. Dans ce type de substrats, obtenus par la méthode Czochralski, les contraintes locales liées au joint de grain sont par nature inexistantes. Les mesures effectuées sur des substrats sc-Si « polis miroir » d'épaisseur standard (180 μm), n'ont pas permis d'observer de contraintes résiduelles. Le gradient thermique du procédé Czochralski est en général bien contrôlé et présente une très bonne qualité cristalline (sans dislocations). On peut supposer que dans ce cas les contraintes thermomécaniques résiduelles sont trop faibles (inférieur au MPa) pour être détectées. L'utilisation de substrats d'épaisseurs supérieures devrait permettre de les mettre en évidence. En conséquence, les contraintes résiduelles qui sont observées sur les substrats sc-Si « bruts de découpe » sont essentiellement dues à l'état de surface résultant de l'étape de découpe des lingots. Les résultats ci-dessous comparent les effets de découpe des deux techniques *slurry* et *diamant*.

3.2 Les différentes techniques de découpe

Les deux procédés de découpes étudiés *slurry* et *diamant*, montrent une topographie de surface différente (Fig.1). Le fils diamanté crée des « sillons » dans le substrat, montrant une orientation de l'enlèvement

dans le sens du déplacement du fil. Au contraire, le relief obtenu par découpe *slurry* est sensiblement plus rugueux, avec des aspérités plus prononcées sans orientation d'enlèvement définie.

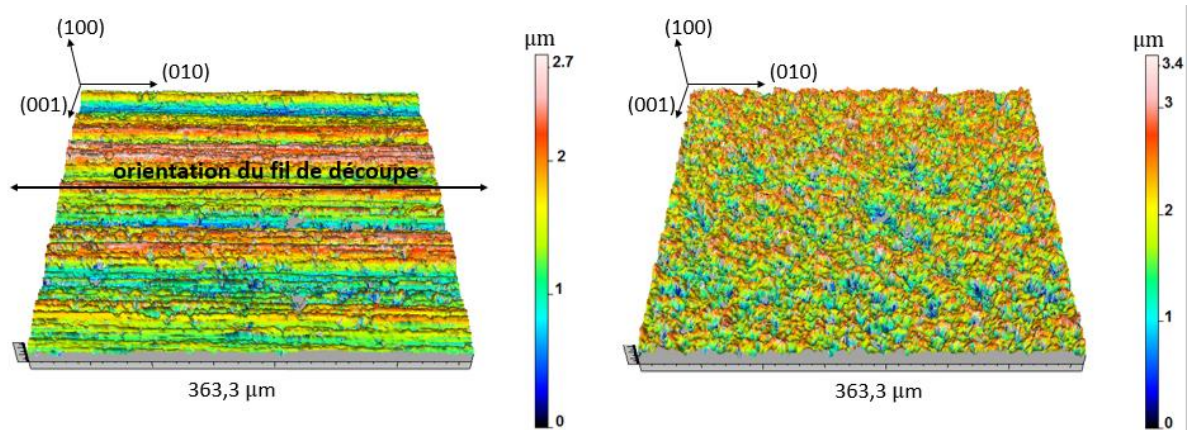


Figure 1 : Comparaison des reliefs de découpe par fils diamanté (a) et procédé *slurry* (b) mesurés par microscope interférométrique

La figure 2 présente la cartographie de la différence des contraintes principales de substrats découpés selon les 2 techniques. Ces deux découpes apportent des contraintes résiduelles mesurables et donc plus élevées que celles liées aux gradients thermiques. La découpe diamant (Fig.2a) provoque un cisaillement maximal de 12 MPa, en moyenne deux fois plus fort que la découpe *slurry* (Fig.2b) qui reste inférieure à 6 MPa.

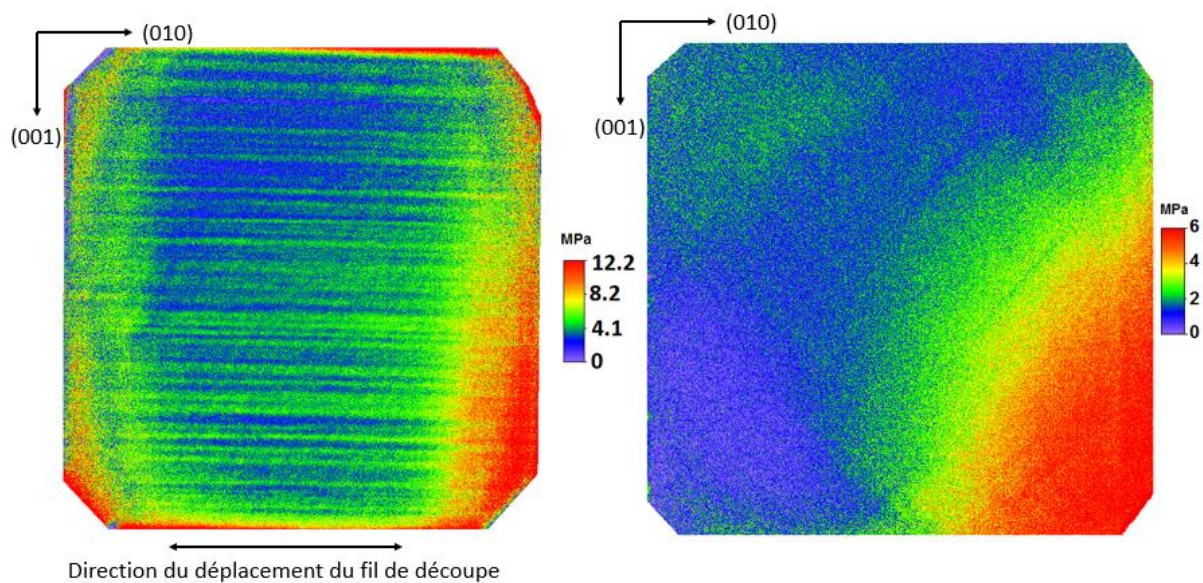


Figure 2 : Différence des contraintes principales de substrats sc-Si d'orientation (100) : (a) découpe *diamant* ; découpe *slurry* (b)

Les substrats découpés au diamant sont connus pour être plus fragiles lors des procédés de fabrication des cellules. Ils présentent des microfissures pénétrantes depuis la surface sur une profondeur d'une dizaine de microns [10] témoin d'une découpe plus intrusive. De plus, sachant que l'oxydation de surface peut conditionner l'état de contrainte du substrat, la différence peut également être associée à la nature du lubrifiant utilisé. En effet, par l'utilisation d'une suspension de particules de SiC dans une

huile, la découpe *slurry* protège mieux de l'oxydation de surface. La découpe *diamant* utilise un lubrifiant aqueux qui favorise cette oxydation.

L'une des orientations principales des contraintes dans le plan est présentée dans la figure 3 pour les deux découpes. Les figures montrent que ces orientations sont homogènes sur tout le plan. Au contraire, lorsque les substrats sont polis, les valeurs d'isoclines mesurées varient sur toute l'échelle de $[-\pi/4, \pi/4]$.

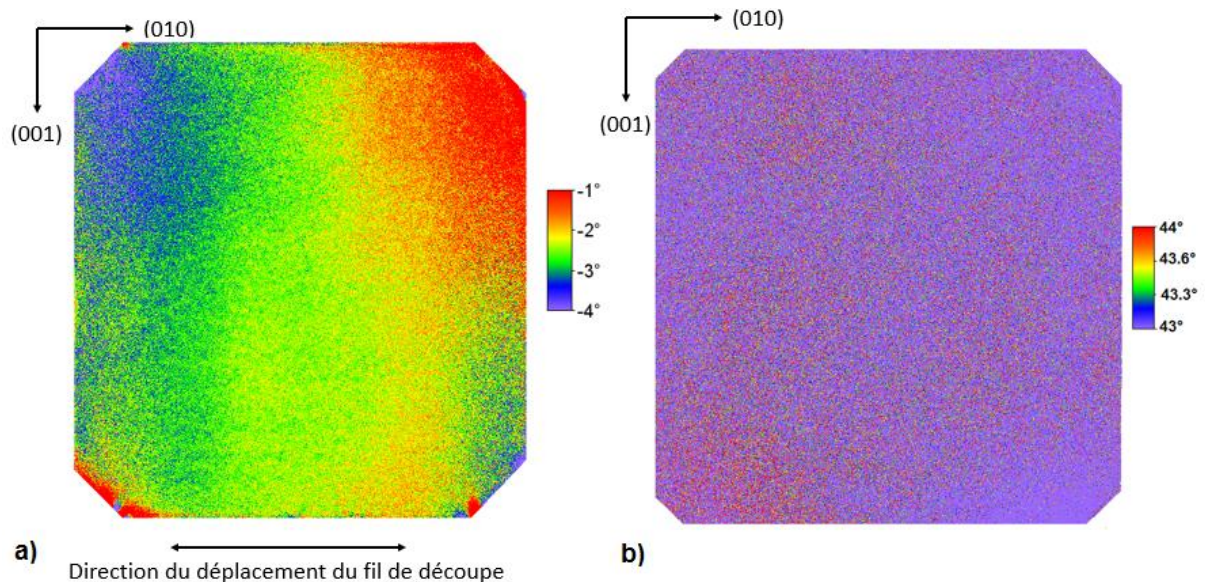


Figure 3 : Orientation, par rapport à l'horizontal, d'une des contraintes principales dans le plan dans un substrat sc-Si orienté (100) : (a) découpe *diamant* ; (b) découpe *slurry*

Il est à noter que sur une épaisseur de 180 μm , la zone de perturbation due à la découpe s'étend sur environ 2,5 μm sous la surface de chaque côté du wafer. Ce sont ces surfaces qui contiennent le plus de contraintes résiduelles. Il serait intéressant par la suite de réitérer cette étude pour des orientations cristallines différentes de [100]. En effet on pourrait se demander quel serait l'impact de l'anisotropie mécanique sur la mesure des contraintes de découpe.

3.3 La mesure en flexion trois points

Les figures 4 et 5 comparent des modélisations numériques sous Cast3m et des essais expérimentaux en flexion trois points de poutres issues de substrats découpés *slurry*. Deux orientations des poutres, 0° et 30° par rapport à la direction de découpe, sont présentées. Afin de tenir compte des contraintes résiduelles, une contrainte générale sur le maillage de 10 MPa a été ajoutée aux contraintes appliquées par l'essai de flexion (10 N). La bonne corrélation entre les simulations et les mesures confirme les résultats sur les orientations privilégiées des contraintes ainsi que l'ordre de grandeur de la différence des contraintes principales (Fig.4).

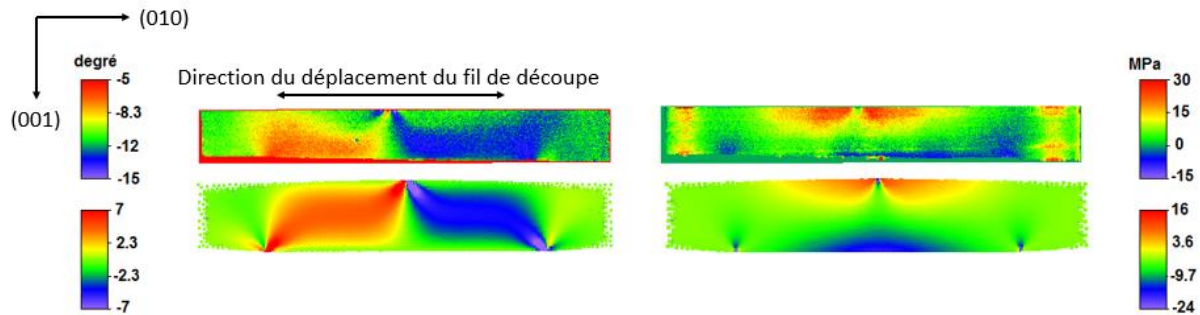


Figure 4 : Comparaison d'une simulation (bas) et d'un essai expérimental (haut) sur une poutre sc-Si orientée (100) en flexion trois points avec une orientation de découpe horizontale

De plus, la mesure en flexion trois points montre une corrélation entre l'orientation de la découpe avec l'orientation générale des contraintes principales (Fig.5).

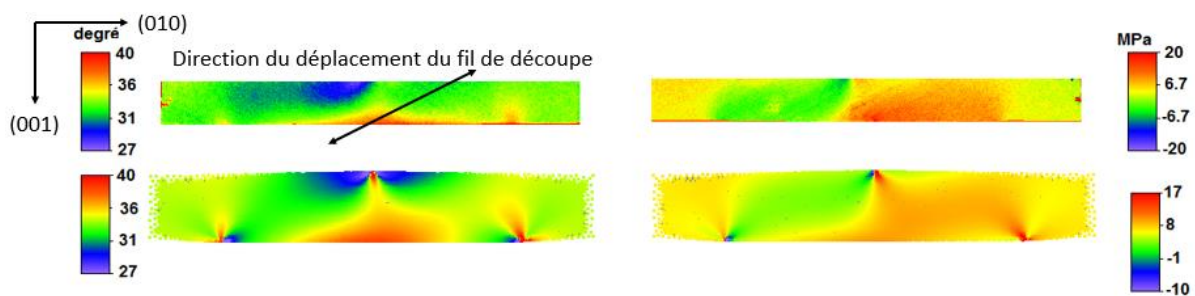


Figure 5 : Comparaison d'une simulation (bas) et d'un essai expérimental (haut) sur une poutre sc-Si orientée (100) en flexion trois points avec une orientation de découpe à 30°

Ces résultats mettent en évidence l'importance des contraintes surfaciques des substrats par rapport aux contraintes résiduelles internes liées au gradient thermique du procédé de cristallisation.

4 Conclusion

La photoélasticimétrie infrarouge est une méthode capable de mesurer un champ complet de contraintes résiduelles dans les substrats de silicium cristallin. L'automatisation de l'outil mis en place apporte une plus-value significative sur la précision de mesure, qui est un paramètre important pour la mesure de contraintes faibles. Pour des substrats monocristallins, des contraintes résiduelles de l'ordre de 3 à 12 MPa liées au procédé de découpe ainsi que leurs orientations ont été mises en évidence. Le procédé de découpe au fil diamanté engendre de plus grandes contraintes résiduelles que la découpe *slurry*. Dans les substrats d'orientation cristalline (100), l'orientation des contraintes résiduelles globales sur les wafers est directement corrélée à la direction de déplacement du fil. Ces premiers résultats permettent d'envisager l'utilisation du banc mis en œuvre pour analyser l'interaction entre l'anisotropie du silicium et les contraintes résiduelles de surface par la mesure des contraintes sur des substrats d'orientations cristallines différentes, par exemple (110) et (111).

Références

- [1] M.A. Hopcroft, W.D. Nix and T.W. Kenny, What is the Young's Modulus of Silicon? *Journal of Microelectromechanical Systems* (2010) 229-238

-
- [2] S. He, T. Zheng and S. Danyluk, Analysis and determination of the stress-optic coefficients of thin single crystal silicon samples, *Journal of applied physics* (2004) 3103-3109
- [3] M. Biscondi, Structure et propriétés mécaniques des joints de grains, *Le Journal de Physique Colloques* (1982) C6-293.
- [4] V. Ganapati, S. Schoenfelder, S. Castellanos, S. Oener, R. Koepege, A. Sampson and T. Buonassisi, Infrared birefringence imaging of residual stress and bulk defects in multicrystalline silicon, *Journal of Applied Physics* (2010),063528
- [5] B. B. Wang, A. Leadbetter, J. Freudenthal, B. Seipel and H. Seigneur, Measuring Stress Birefringence in Small Si Samples, *Energy Procedia*, (2014) 608-617
- [6] K. Kemmochi and M. Uemura, Measurement of stress distribution in sandwich beams under four-point bending. *Experimental Mechanics*, (1980) 80-86
- [7] E. A. Patterson and Z. F. Wang, Towards full field automated photoelastic analysis of complex components, *Strain* (1991) 49-53
- [8] Y. Morimoto and T. Hayashi, Separation of isochromatics and isoclinics using Fourier transform, *Experimental Techniques* (1994) 13-17
- [9] F. Jagailoux, V. Valle, J-C. Dupré, J-D. Penot and A. Chabli, Infrared, photoelasticity to study residual stresses in silicon wafers, *Proceeding of PhotoMechanics 2015*, Delft, Netherlands (2015)
- [10] H. Wu, S.N. Melkote and S. Danyluk, Mechanical strength of silicon wafers cut by loose abrasive slurry and fixed abrasive diamond wire sawing, *Advanced Engineering Materials*, (2012) 342-348