Le ruban de silicium E.P.R.: élaboration et mise au point d'un dispositif d'analyse des contraintes résiduelles

D. Chambonnet, R. Gauthier, R. M'Ghaieth, P. Pinard

► To cite this version:

D. Chambonnet, R. Gauthier, R. M'Ghaieth, P. Pinard. Le ruban de silicium E.P.R.: élaboration et mise au point d'un dispositif d'analyse des contraintes résiduelles. *Revue de Physique Appliquée*, 1987, 22 (7), pp.557-562. 10.1051/rphysap:01987002207055700 . jpa-00245575

HAL Id: jpa-00245575

<https://hal.science/jpa-00245575>

Submitted on 1 Jan 1987

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification

Physics Abstracts

61.50C — 72.40 — 73.60F

Le ruban de silicium E.P.R. : élaboration et mise au point d'un dispositif d'analyse des contraintes résiduelles

D. Chambonnet, R. Gauthier, R. M'Ghaieth et P. Pinard

Laboratoire de Physique de la Matière (associé au CNRS, n° 358),
Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 20, avenue Albert-Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex,
France

(Reçu le 7 octobre 1986, accepté le 8 janvier 1987)

Résumé. — Le ruban de silicium polycristallin E.P.R. est obtenu par irradiation électronique sous vide de poudre de silicium de qualité métallurgique. Divers processus de purification, dont celui par fusion de zone, conduisent à un matériau de qualité SOG, exploitable pour la réalisation de photopiles à moindre coût. La présence de profils de température non linéaires dans le ruban en cours d'élaboration, de part et d'autre de la zone fondue, conduit à la création de contraintes résiduelles d'origine thermique. La photoélasticimétrie assistée par ordinateur permet d'obtenir une cartographie des contraintes résiduelles principales pour déterminer les conditions d'irradiation les mieux adaptées à un faible taux de contrainte.

Abstract. — The E.P.R. polycrystalline silicon ribbon is obtained by an electron beam irradiation in a high vacuum of a metallurgical silicon compacted powder as starting material. Some processes of purification — essentially the molten zone refining — allow to obtain a SOG material quality which may be used for low-cost solar cells manufacturing. Near the molten zone the temperature profiles are not linear, which generates thermal residual stresses. The computer-aided photoelasticimetry allows to obtain the principal residual stress cartography, and then to determine the best irradiation conditions to minimize the thermal stress.

1. Tirage du ruban de silicium polycristallin E.P.R.

1.1 La méthode E.P.R. (Electron Powder Ribbon) de tirage de rubans de silicium polycristallin a été décrite dans des publications antérieures [1, 2]. Elle comporte deux étapes : la fabrication d'un préruban à partir de poudre de silicium de qualité métallurgique MG (Metallurgical Grade) préalablement compactée dans une nacelle suivie d'un tirage de recristallisation.

Le banc de tirage est représenté sur la figure 1. La source d'énergie est un faisceau d'électrons de puissance maximale 6 kW en régime permanent défecté à moyenne fréquence (500-1 000 Hz) ; la vitesse de tirage atteint 4-5 m/h pour le ruban recristallisé et 20 m/h pour le préruban. Les dimensions des grains, en structure colonnaire, sont de l'ordre de quelques millimètres carrés sur 300 μ m d'épaisseur.

Divers mécanismes de purification interviennent en cours de tirage :

— la scorification, efficace pour l'aluminium et

Fig. 1. — Schéma du dispositif de tirage des rubans E.P.R.
[E.P.R. ribbon pulling system.]

les systèmes SiO_2 -oxydes alcalino-terreux [3], donc pour la poudre de qualité métallurgique riche en calcium que nous utilisons.

De plus, l'oxygène présent dans cette poudre de départ permet d'envisager la formation d'une sorte de laitier constitué de silice et d'oxydes des impuretés métalliques ;

— la thermomigration des impuretés avec formation d'agrégats de dimensions variant de quelques micromètres à 50 μm et contenant essentiellement Si, Ca, Fe et Al ;

— la purification par distillation sous vide, efficace pour les éléments dont le point d'ébullition est inférieur à la température de fusion du silicium (1 410 °C) c'est-à-dire Mg, As, Zn, Sb et Ca ;

— enfin, la purification par fusion de zone ; le procédé E.P.R. présente la particularité d'utiliser ce mécanisme lors de la réalisation du préruban puis du ruban.

Une étude théorique a démontré l'efficacité de ce dernier processus pour des impuretés telles que Ta, Ti, V, Zr, Mo dont le coefficient de partage k est inférieur ou de l'ordre de 10^{-6} [4]. Le taux de purification est alors de l'ordre de 10^{-3} mais ne dépasse pas 10^{-2} pour Cr, Ni, S, Fe, Au, Co, Mn, Zn ($k \approx 10^{-5}$).

Les analyses chimiques, faites à l'aide d'un analyseur ionique IMS 3F CAMECA, permettent d'avoir un bilan de ces processus de purification entre la poudre de départ et le ruban final (Fig. 2) ; on peut distinguer 3 catégories d'impuretés : Al, Co, Mg, Ti qui ont un taux de purification de l'ordre de 10^{-3} , Fe, Mn, Cr, K, Na, C ayant un taux voisin de 10^{-2} et B, V qui n'ont pas leur concentration réduite de plus d'un ordre de grandeur.

Finalement, l'ensemble de ces mécanismes permet d'obtenir, à partir d'une poudre MG-HP₁ (la concentration en impuretés allant de 10 000 ppm jusqu'à 100 ppm), un matériau cristallin et plat de pureté HP₂-SOG (la concentration en impuretés varie entre 100 et 0,1 ppm).

1.2 La difficulté majeure de la méthode E.P.R. réside dans l'apparition, au refroidissement, de contraintes résiduelles d'origine thermique, dues à des profils de température non linéaires de part et d'autre de la zone fondue pendant le tirage. Ces contraintes engendrent des fissures et sont à l'origine de la multiplication des dislocations qui jouent un rôle néfaste dans les mécanismes de conversion photovoltaïque.

Une étude approfondie des profils de température et des profils de contraintes a donc été menée [4] sur le plan théorique — calcul et simulation — et expérimental afin d'agir sur les conditions expérimentales de tirage et se rapprocher du profil idéal de température. A cette fin, nous avons mis au point un dispositif de post-chauffage en arrière de la zone fondue utilisant les deux bobines de déflexion du faisceau électronique et une carte de traitement thermique. Grâce à une modélisation des échanges

Fig. 2. — Evaluation des concentrations d'impuretés en cours d'élaboration du ruban E.P.R. par analyse SIMS. En ordonnée : nombre de coups par seconde (non étalonné).

[Estimation of impurity concentrations by SIMS analysis.]

thermiques entre la poudre et le préruban, nous avons montré la très nette prépondérance des gradients thermiques longitudinaux ou transversaux sur les gradients thermiques dans l'épaisseur [4]. Les contraintes thermiques créées par ces derniers étant négligeables devant les autres, l'observation des contraintes résiduelles par photoélasticimétrie infrarouge par transmission se trouve justifiée ; cette méthode non destructive et adaptable aux techniques de traitement d'images permet d'avoir une cartogra-

phie de ces contraintes pour des conditions d'irradiation données.

2. La photoélasticimétrie infrarouge assistée par ordinateur (P.I.R.A.O.).

2.1 PRINCIPE. — Le silicium possède une bonne transmission optique à $\lambda = 1,06 \mu\text{m}$, le coefficient d'absorption étant de l'ordre de 20 cm^{-1} , valeur compatible avec l'utilisation d'une caméra type Vidicon dont la sensibilité est encore suffisante à cette même longueur d'onde. Par ailleurs, la constante photoélastique du Si, comme celle d'autres matériaux semiconducteurs, varie en fonction de la longueur d'onde, des directions d'observation et des contraintes (Fig. 3). Compte tenu de nos conditions expérimentales, nous avons pris pour valeur de cette constante celle de 20 B admise également par d'autres auteurs [5].

Fig. 3. — Influence de la longueur d'onde de la lumière sur la constante photoélastique.

[Influence of light wavelength on the photoelastic constant.]

Les observations photoélastiques permettent essentiellement de mesurer le cisaillement normal, c'est-à-dire la différence des contraintes principales ($\sigma_p - \sigma_q$) à partir de l'observation du réseau d'isochromes et de la relation fondamentale : $Ce(\sigma_p - \sigma_q) = n\lambda$ où C , e , λ désignent respective-

ment la constante photoélastique, l'épaisseur de l'échantillon et λ , la longueur d'onde de la lumière transmise, n étant l'ordre de frange.

Pour déterminer σ_p et σ_q , la méthode la plus usitée fait intervenir la séparation des contraintes principales sur les bords libres de l'échantillon où l'une des 2 contraintes principales, celle qui est normale au contour, est nulle ; par conséquent, ce contour libre de l'échantillon sera caractérisé par $\sigma_p - \sigma_q = \sigma_p = \sigma_p + \sigma_q$ s'il subit une tension, ou $\sigma_p - \sigma_q = -\sigma_q = -(\sigma_p + \sigma_q)$ s'il s'agit d'une compression.

L'hypothèse émise d'une loi de comportement linéaire et la présence d'un état plan de contraintes permettent d'écrire l'équation de compatibilité en termes de contraintes de la manière suivante :

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} \right) (\sigma_p + \sigma_q) = 0.$$

C'est en raison de son aptitude à être informatisée que nous avons choisi la méthode de l'équation de Laplace pour déterminer, en chaque point, la somme des contraintes principales $(\sigma_p + \sigma_q) = \Sigma$.

Partant des valeurs réelles de Σ sur le contour de l'échantillon et des valeurs interpolées pour les nœuds se situant à l'intérieur de l'échantillon, il est possible de calculer par itération les valeurs réelles de Σ en chaque point de l'échantillon. Connaissant les valeurs de $(\sigma_p + \sigma_q)$ et de $(\sigma_p - \sigma_q)$, on peut alors séparer les contraintes principales σ_p et σ_q .

2.2 LE DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL. — Nous avons choisi de combiner un système d'analyse d'image et un curseur mobile dans l'écran piloté par « souris ». Le premier permet une saisie directe par le micro-ordinateur de l'image obtenue à la sortie du banc de photoélasticimétrie infrarouge tandis que le second autorise une certaine assistance de l'opérateur dans la reconnaissance des contours de l'échantillon et du tracé moyen des isochromes.

Le dispositif conçu et mis au point comprend donc deux parties : un banc de photoélasticimétrie infrarouge et une configuration informatique chargée de digitaliser les figures d'interférence et de restituer, après calcul, une cartographie des contraintes de l'échantillon [6] (Fig. 4).

2.2.1 Le banc de photoélasticimétrie. — Il comporte :

— une source de lumière blanche (150 W) à faisceau parallèle dont la courbe d'émission spectrale présente un maximum à $0,9 \mu\text{m}$, suivie d'un filtre interférentiel à $1,06 \mu\text{m}$ (bande passante $0,9 \mu\text{m}$) ;

— un polariseur et analyseur infrarouge (IR) : ce sont des polaroïds en polyéthylène, transparents

Fig. 4. — Schéma synoptique des systèmes optiques et informatiques.

[Scheme of stress measurement apparatus.]

entre 0,7 et 2,8 μm dont le maximum d'efficacité se situe vers 1 μm ;

— des lames quart d'onde (cristal de quartz) à 1,06 μm ;

— un compensateur de Bravais à teintes plates, étalonné à 1,06 μm , permettant de déterminer le $1/10^{\text{e}}$ de frange ;

— une caméra Vidicon à mosaïque de diodes silicium et à signal vidéo composite (625 lignes entrelacées et 25 images/s), associée à une optique constituée par deux objectifs de focale 25 mm $f/2,0$ et 50 mm $f/2,8$, et d'une série de tubes allonges ;

— un moniteur monochrome ;

— deux porte-échantillons : l'un est destiné à appliquer des contraintes mécaniques sur les échantillons, l'autre est utilisé pour l'analyse des contraintes résiduelles.

2.2.2 La configuration informatique. — Elle est centrée sur un ordinateur personnel IBM PC (Fig. 4) qui possède une unité centrale avec une capacité de mémoire vive portée à son maximum soit 256 Ko. Les périphéries sont au nombre de 5 : un clavier accentué, deux unités disquettes de 360 Ko chacune pilotée par une carte contrôleur de disques, un moniteur couleur haute résolution TAXAN PC, une imprimante EPSON RX 80 F/T, une imprimante couleur CANON PJ 1080 A.

Les quatre emplacements (slots) disponibles pour l'interfaçage sont utilisés de la manière suivante : une carte « Microsoft System Card » qui est une combinaison hardware/software ; elle permet au micro-ordinateur de disposer d'une extension mémoire de 128 Ko accessible soit comme extension de la mémoire vive de 256 Ko de l'unité centrale, soit comme unité disquettes (RAMDRIVE) supplémentaire. Cette carte est, en outre, munie d'une horloge interne ainsi que de deux ponts de communications d'entrée/sortie dont l'un est parallèle et l'autre série ; une carte « Microsoft Mouse » permet de gérer le déplacement d'un curseur sur l'écran par

l'intermédiaire d'une « souris » que l'on déplace manuellement. Il est possible de guider le curseur sur une zone repérée de l'écran. Les fonctions des deux touches disposées sur la « souris » (Mouse) peuvent être définies par logiciel.

Une carte graphique « Graphics Master » de Tecmar (128 Ko mémoire vive) gère les modes graphiques de l'écran ; elle contient, en effet, les modes texte et graphique IBM et d'autres modes plus performants tels que le mode 320×200 , 16 couleurs, le mode $640 \times 400/16$ couleurs en graphique mode entrelacé ou même le mode $720 \times 704/2$ couleurs.

Une carte de digitalisation DGI-1 de MID pour la conversion et le stockage en temps réel (20 ms, soit une trame), sur 6 bits, du signal vidéo composite envoyé par la caméra. Le codage d'un point s'effectue à raison de 256 points par ligne et 255 lignes par trame. L'affichage et les traitements ultérieurs sont effectués par programme. Pour cela, la carte DGI-1 est accompagnée d'un logiciel de base complet sous forme de primitives réalisées en assembleur et appelables en langage BASIC. La configuration informatique dispose donc au total de 384 Ko, auxquels il convient d'ajouter les 128 Ko de la carte graphique.

2.3 CONDUITE DE LA MESURE PAR P.I.R.A.O. —

La méthode décrite utilise une série de programmes, tous rédigés au laboratoire en Basica (Basic évolué) puis compilés grâce au compilateur Basic de Microsoft.

Les étapes essentielles du processus sont les suivantes :

— Digitalisation de l'image : la saisie du signal vidéo de la caméra s'effectue en temps réel sur une trame en 20 ms : 225×200 points codés sur 6 bits définissent l'image. La résolution est de 64 niveaux de gris. La carte graphique permettant d'afficher 16 couleurs dans son mode graphique 320×200 , il est nécessaire de définir 15 seuils afin de répartir les 64 niveaux de gris de la carte de digitalisation, tous accessibles par logiciel.

— Lissage de l'image, pour réduire le bruit et améliorer sa qualité par filtrage spatial.

— Binarisation de l'image : par réduction du nombre de seuils à 1, il est possible d'obtenir une image binaire.

— Reconnaissance des formes de l'échantillon à l'aide d'un algorithme de reconnaissance des formes (liséré vert, Fig. 5a).

— Elimination des isoclines par saisie de 2 images vidéo obtenues pour deux positions différentes des isoclines suivie d'une opération logique « ou inclusif » entre les deux images.

— Acquisition et stockage des points de mesure à l'aide de la « souris » et de son curseur mobile qui permettent de repérer les points milieu des isochromes (Fig. 5a).

— Interpolation bidimensionnelle de l'ordre de frange, c'est-à-dire de la différence des contraintes principales et donc du taux de cisaillement maximal dans l'échantillon par triangulation du plan, puis par interpolation linéaire ou approximation par la méthode des moindres carrés pondérés (AMCP) (Fig. 5c).

— Extrapolation bidimensionnelle entre l'enveloppe des points de mesure et les contours de l'échantillon (Fig. 5d).

— Calcul de $(\sigma_p + \sigma_q)$ en tous points du plan.

— Enfin, séparation des contraintes principales par lecture des fichiers $(\sigma_p - \sigma_q)$ et $(\sigma_p + \sigma_q)$ et exécution de la somme ou de la différence.

Fig. 5. — Processus de photoélasticimétrie infrarouge assisté par ordinateur.

[Infrared photoelasticity process.]

2.4 RÉSULTATS. — Nous présentons, ici, les mesures effectuées sur une plaquette de silicium préalablement irradiée par un faisceau d'électrons qui a créé deux zones de surchauffe. La figure 6 montre les différentes étapes conduisant à la cartographie des contraintes résiduelles d'origine thermique σ_p et σ_q ; 92 points de mesure ont été relevés sur l'échantillon de longueur 3 cm. Ces valeurs d'ordre de frange vont de 0 aux extrémités de l'échantillon à 1,2 au centre (mesure effectuée au compensateur de Bravais) ; seules les franges d'isochromes d'ordre 0 et 1 sont visibles dans ce cas. On constate que la zone la plus perturbée est le voisinage des points « chauds » avec des contraintes voisines de 30 MPa en tension et -90 MPa en compression.

Fig. 6. — Essais de cartographie des contraintes sur rubans silicium monocristallin.

[Stress cartography of single crystal silicon ribbon.]

La précision globale sur ce type de mesure dépend de 3 facteurs :

- 1) l'erreur sur la position de l'échantillon introduite par la digitalisation, de l'ordre de 1 pixel,
- 2) l'erreur sur l'ordre de frange, environ le $1/10^{\circ}$ de la frange, ce qui correspond, compte tenu des épaisseurs traversées, à 5-10 MPa, soit 10 %,

3) l'incertitude introduite par l'extrapolation qui est inférieure à une couleur, soit une erreur relative inférieure à 1/16 soit 6 %.

En conclusion, l'erreur relative totale pour les cartographies finales σ_p et σ_q reste comprise entre 10 et 20 %.

Conclusion.

La méthode E.P.R. produit des rubans de silicium polycristallin avec des vitesses de tirage de l'ordre de 10 m/h conduisant à des rendements de photopiles de 4 % environ sans couche antireflet [7].

L'existence des contraintes résiduelles d'origine thermique entraîne à la fois une fragilité des rubans et une diminution des qualités photovoltaïques. Une étude théorique et expérimentale des échanges thermiques a démontré l'importance du système de post-chauffage de la poudre ou du prériban en cours d'élaboration, et le bien-fondé de la méthode d'analyse des contraintes choisie : la photoélasticimétrie infrarouge par transmission assistée par ordinateur (P.I.R.A.O.). Une configuration informatique et une suite de logiciels d'acquisition et d'interpolation bidimensionnelle à partir de points répartis au hasard assurent le dépouillement des figures

d'interférences pour aboutir finalement à la cartographie des contraintes principales σ_p et σ_q . Cette méthode permet, par la connaissance des répartitions de contrainte avec une précision de 20 % et une résolution de 10 MPa, d'établir les conditions de tirage les mieux adaptées pour obtenir les contraintes résiduelles les plus faibles. Enfin, la photoélasticimétrie infrarouge assistée par ordinateur peut s'appliquer non seulement aux composants silicium, mais aussi à d'autres semiconducteurs tels que InP, utilisés en optoélectronique dans la fabrication des diodes laser pour la transmission par fibre optique.

Remerciements.

Nous remercions l'ANVAR, le PIRSEM et l'Arc Silicium Polycristallin qui ont soutenu financièrement ce travail et nous sommes particulièrement reconnaissants à MM. Margaria et Staroz de la Sté Nobel-Bozel, M. Verdier de Rhône-Poulenc et, plus récemment, M. le Professeur E. Sirtl et à M. le Docteur J. Dietl de Wacker-Heliotronics de nous avoir fourni gracieusement la poudre de silicium.

Nous remercions également M. Sommeria de la Sté Techmeta qui nous a fourni le canon à électrons.

Bibliographie

- [1] CASENAVE, D., Thèse de Docteur-Ingénieur, INSA Lyon, 1980.
- [2] VANDEKERKOVE, L., Thèse de Docteur-Ingénieur, INSA Lyon, 1982.
- [3] LIAW, H. M. et SECCO D'ARAGONA, F., *Solar Cells* 10 (1983) 109-118.
- [4] CHAMBONNET, D., Thèse de Doctorat, INSA Lyon, 1986.
- [5] REDNER, S., Proc. 6th Int. Conf. on Exp. Stress Analysis, Munich FRG, 18-22 septembre 1978.
- [6] CHAMBONNET, D., GAUTHIER, R., M'GHAIETH, R., PINARD, P., *Experimental analysis of residual stresses in semiconductor materials*. Int. Conf. on Residual Stress, Garmisch-Partenkirchen, 15-17 octobre 1986.
- [7] CHAMBONNET, D., GAUTHIER, R., M'GHAIETH, R., PINARD, P., *Pulling of multicrystalline silicon ribbons and residual stresses measurement by computer aided photoelasticity*. 7th European Photovoltaic Solar Energy Conference. Séville (Espagne), 27-31 octobre 1986.