

Méthode d'essai de flexion biaxiale pour l'évaluation du comportement mécanique des wafers de silicium : influence des défauts de bords et de l'état de surface

L. CARTON ^{a,b}, R. RIVA ^a, D. NELIAS ^c, M. FOURMEAU ^c,
F. COUSTIER ^a

- a. Univ Grenoble Alpes, CEA-LITEN, INES, 50 avenue du Lac Léman, F-73375 Le Bourget-du-Lac, France
b. Agence de l'environnement et de la Maîtrise de l'Energie 20 avenue du Grésillé - BP 90406
49004 Angers Cedex 01 France
c. Univ Lyon, INSA-Lyon, CNRS UMR5259, LaMCoS, F-69621, France

Résumé :

Ces travaux de recherche portent sur le développement d'une méthode d'essai de flexion biaxiale Ring on Ring adaptée aux wafers de silicium pour applications photovoltaïques. Une géométrie de montage aux dimensions d'un wafer entier (156 × 156 mm) ainsi qu'un protocole expérimental adapté sont proposés. L'analyse du comportement des échantillons lors de l'essai, couplée à des simulations par éléments finis reproduisant le montage expérimental, mettent en évidence un phénomène de flambage de la plaque. L'étude se propose ensuite de valider la pertinence de cet essai pour l'évaluation des propriétés mécaniques des wafers, au travers d'une campagne d'essais spécifiques sur quatre séries de wafers différents. Les résultats montrent que, contrairement à ce qui était attendu, l'essai n'est pas totalement insensible aux défauts de bords des wafers. Compte tenu de la taille des défauts considérés pour ce travail (plusieurs millimètres), nous concluons cependant que l'essai est beaucoup plus sensible aux différences d'endommagements de surface qu'aux défauts périphériques.

Abstract :

This study focuses on the development of a biaxial fracture test for photovoltaic silicon wafers. We introduce a Ring on Ring design suitable for the dimensions of an entire wafer (156 × 156 mm) as well as a specific experimental protocol. The mechanical behavior of the samples during the test is analyzed through load-displacement curves and finite element simulations of the experimental setup. We show that the wafer undergoes buckling during testing. In order to validate the relevance of this method to evaluate mechanical properties of silicon wafers, we then present a test campaign on four different sets of wafers. The results highlight that contrary to what had been expected, the Ring on Ring test does not entirely exclude the edge defects of the wafers. Given the size of the defects considered for this study (few millimeters), we however conclude that the test is much more sensitive to differences in surface damage rather than defects in the wafer edges.

Mots clefs : wafers de silicium ; sciage par fil ; résistance à rupture ; flexion biaxiale ; simulation éléments finis ; flambage

1 Introduction

En 2018, 19% du coût de fabrication d'un module solaire photovoltaïque est imputable à l'étape de découpe des briques de silicium en plaquettes (wafers), qui serviront de substrat pour les futures cellules [1]. De nombreux enjeux se posent donc au niveau de cette étape qui s'effectue par sciage à l'aide d'un fil en acier recouvert de particules de diamant. En particulier, la nécessité de réduire la perte de matière impose de produire des wafers de plus en plus fins. Or, le mécanisme d'abrasion du silicium par les diamants engendre un endommagement spécifique de la surface et sub-surface des wafers [2,3], qui influence directement leur intégrité mécanique [4,5]. Afin de minimiser les taux de casse lors des étapes de manipulation ultérieures, il est essentiel de pouvoir corréler les paramètres de découpe avec les propriétés mécaniques des wafers obtenus.

Il existe plusieurs méthodes d'essai permettant d'évaluer la résistance mécanique de matériaux fragiles comme le silicium, en particulier des tests de flexion ou de torsion. A l'échelle du wafer de silicium, la flexion 4 lignes reste la plus largement représentée dans la littérature car elle permet de soumettre une large zone de l'échantillon à un état de contrainte uniforme entre les rouleaux de chargement [6–9]. Cependant, cette distribution uniforme de la contrainte sur toute la surface du wafer implique que cet essai sollicite aussi bien les défauts de bords que les défauts de surface et de volume. Or, pour étudier l'impact de différents états de surface sur la résistance mécanique des wafers, il peut être pertinent de s'affranchir de l'influence des défauts périphériques. C'est pour cette raison qu'un certain nombre d'études mettent en œuvre des essais de flexion biaxiale, dans la majorité des cas sous forme de montage Ring on Ring [10–12]. Dans ce type d'essai, le wafer est soutenu par un appui annulaire, et le chargement est réalisé par un anneau de diamètre inférieur. L'intérêt de cette géométrie d'essai est que la contrainte est théoriquement nulle dans les zones périphériques du wafer, et maximale et uniforme sur toute l'aire située sous l'anneau de chargement. Cependant, la formule analytique qui permet de calculer la contrainte maximale, proposée par Vitman et Pukh [13], n'est valable que sous certaines conditions très restrictives. En particulier, la déflexion maximale du wafer ne doit pas excéder plus de la moitié de l'épaisseur. Pour se placer dans ces conditions, l'essai peut être conçu en appliquant la norme d'essai standard de flexion biaxiale pour céramiques avancées [14], ce que choisissent de faire une partie des études [11,12]. Mais le respect de cette norme impose de travailler avec des échantillons extrêmement petits (de l'ordre de 1×1 cm) et donc de tester une zone très restreinte du wafer (4% de la surface). Certains travaux choisissent donc de concevoir un essai dont les dimensions permettent de tester le wafer entier [10]. Ce choix impose néanmoins une attention toute particulière dans l'analyse des résultats, car les formules analytiques de calcul de contraintes ne sont alors plus valables.

Cette étude se propose donc d'évaluer la pertinence d'un essai de flexion Ring on Ring (RoR) à l'échelle des dimensions d'un wafer entier (156×156 mm). Nous présentons d'abord la géométrie et le protocole expérimental développé, puis nous étudions le comportement des wafers lors d'un essai standard, et essayons de comprendre l'état de contraintes à l'aide d'un modèle éléments finis. Dans un second temps, ce travail se propose de valider l'intérêt de l'essai RoR pour l'évaluation des propriétés mécaniques des wafers de silicium, en s'efforçant de valider les hypothèses selon lesquelles il est insensible aux défauts périphériques des wafers, mais sensible aux défauts de surface.

2 Description et caractérisation de l'essai de flexion biaxiale

2.1 Montage et protocole expérimental

La géométrie du montage de flexion biaxiale Ring on Ring utilisé pour cette étude est présentée en Figure 1. Le dispositif est installé dans une machine de traction bi-colonne « INSTRON 5965 » et se

compose de deux anneaux en alliage d'aluminium de 6 mm d'épaisseur. L'anneau inférieur, de 100 mm de diamètre, est solidaire du bâti, et l'anneau supérieur de 60 mm de diamètre est relié à la traverse par une liaison rotule. Cette liaison permet d'assurer un contact plan parfait entre les surfaces d'appui et le wafer. Avant chaque série d'essai, la concentricité des deux anneaux est réglée à l'aide d'un tube aligneur usiné spécialement pour le montage.

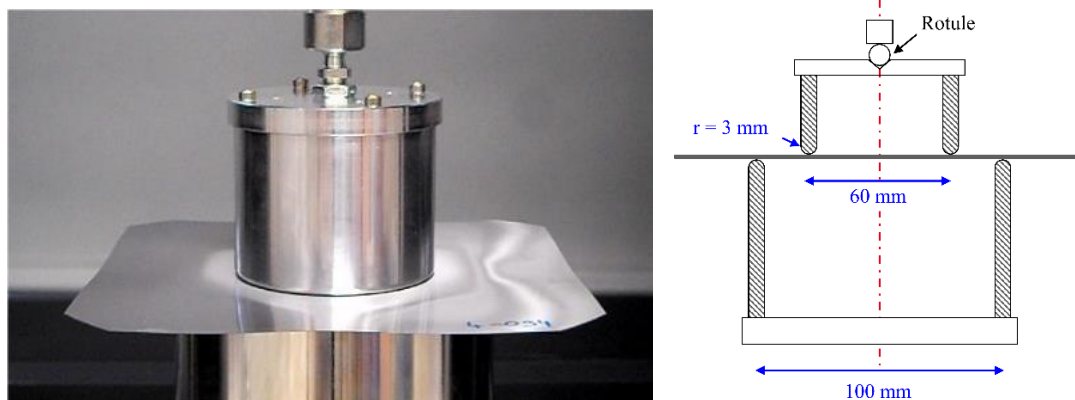


Figure 1. Photographie et représentation schématique du montage RoR

Durant l'essai, le déplacement de l'anneau supérieur ainsi que la force sont enregistrés. La plage de mesure de la cellule de force est de 500 N. La vitesse d'avance de la traverse est fixée à 1 mm/min, et une pré-charge de 4 N est imposée. Pour chaque série d'essais, 50 wafers sont testés jusqu'à la rupture. Les résultats bruts sont obtenus sous forme de courbes force-déplacement, et les valeurs de déplacement à rupture (δ_{rupt}) et de force à rupture (F_{rupt}) sont enregistrées pour chaque wafer.

2.2 Premiers essais sur wafers monocristallins

Les premiers essais ont été réalisés avec des wafers monocristallins d'épaisseur nominale 180 μm découpés au fil diamanté. En raison de la forme cylindrique du lingot de silicium tiré par procédé Czochralski, les wafers résultants de 156 \times 156 mm sont pseudo-carrés, c'est-à-dire qu'ils possèdent des coins arrondis issus d'un diamètre diagonal de 200 mm. A la surface des wafers, les stries de sciage caractéristiques causées par les aller-retours du fil diamanté sont repérables à l'œil nu (Figure 2).

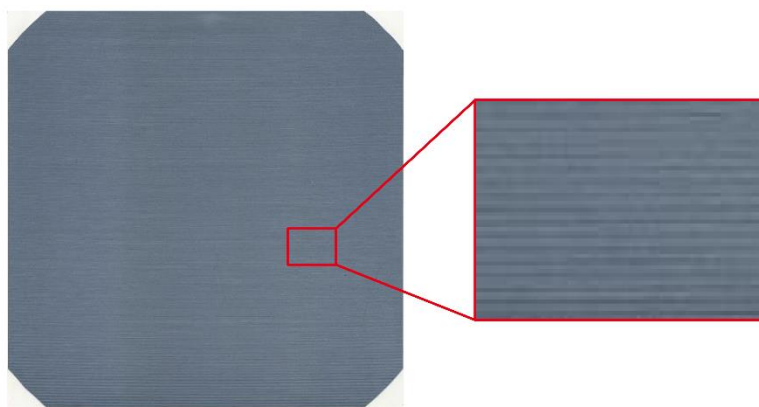


Figure 2. Image scannée de la surface d'un wafer monocristallin découpé au fil diamanté

Des exemples de courbes force-déplacement caractéristiques obtenues en testant les wafers avec le montage RoR décrit précédemment sont présentés en Figure 3. Il apparaît de manière évidente que le comportement des wafers est fortement non linéaire, et ce dès le début de l'essai. Par ailleurs, les courbes présentent systématiquement des chutes soudaines de la valeur de force exercée sur le wafer. Ces phénomènes sont repérés sur la Figure 3 par des cercles et correspondent à des changements de mode

de déformation du wafer. Au-delà d'une certaine valeur de force, le wafer flambe et change de forme pour mieux répartir la contrainte appliquée. Selon les échantillons, le wafer peut flamber une fois ou deux fois avant la rupture, comme illustré sur les deux courbes de la Figure 3.

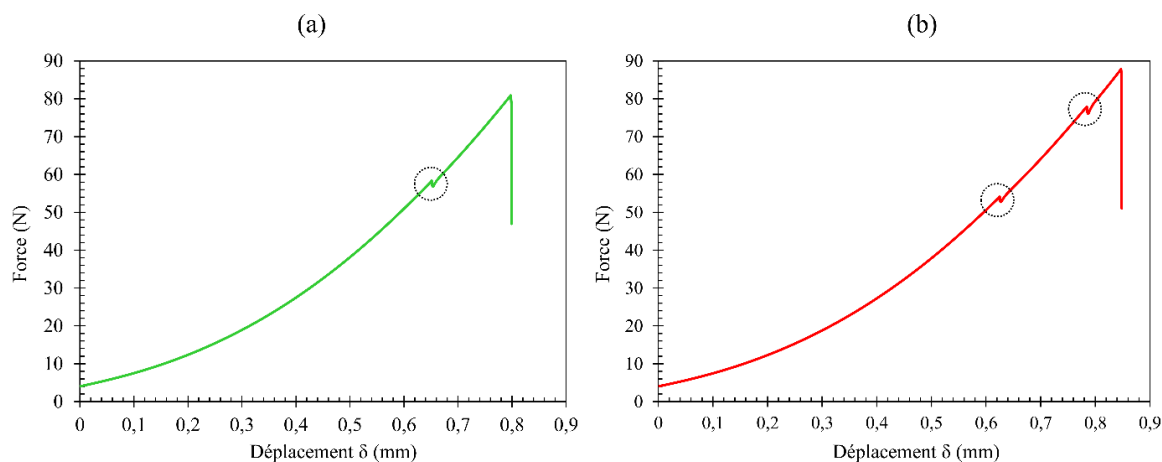


Figure 3. Courbes force-déplacement types d'un wafer monocristallin d'épaisseur nominale 180 μm testé en RoR jusqu'à rupture (a) Wafer ayant changé une fois de mode de déformation (b) Wafer ayant changé deux fois de mode de déformation

Pour un échantillon donné, ces changements de mode sont très reproductibles. La Figure 4 montre ainsi deux courbes force-déplacement successives d'un même wafer (sans démontage de la plaquette) : dans le premier cas, l'essai a été arrêté juste après le premier changement de mode et le wafer a été déchargé. Dans le deuxième cas, l'essai a été répété jusqu'à la rupture. Pour les deux essais, le changement de mode de déformation du wafer a eu lieu à la même valeur de déplacement et de force.

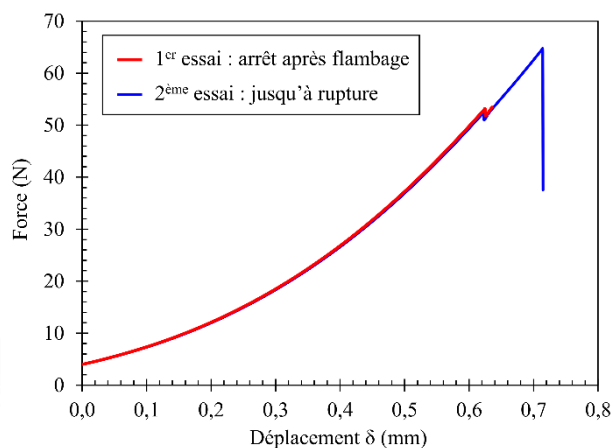


Figure 4. Courbe force-déplacement d'un wafer monocristallin d'épaisseur nominale 180 μm testé en RoR une première fois en arrêtant l'essai après le flambage, et une seconde fois jusqu'à rupture

2.3 Simulations numériques

L'allure des courbes force-déplacement obtenues et le phénomène de flambage observé confirment que les conditions d'essai sont éloignées de celles du cas analytique. Afin de mieux comprendre l'état de contraintes réel dans le wafer au cours de l'essai, un modèle éléments finis (EF) du montage expérimental a été développé sur le logiciel ANSYS. La double symétrie du système RoR a été exploitée pour réduire les temps de calcul, et seul un quart du montage est donc modélisé en 3 dimensions. Le maillage du wafer de silicium est réalisé sur la base de 9 200 éléments coques SHELL281 à 8 nœuds (Figure 5).

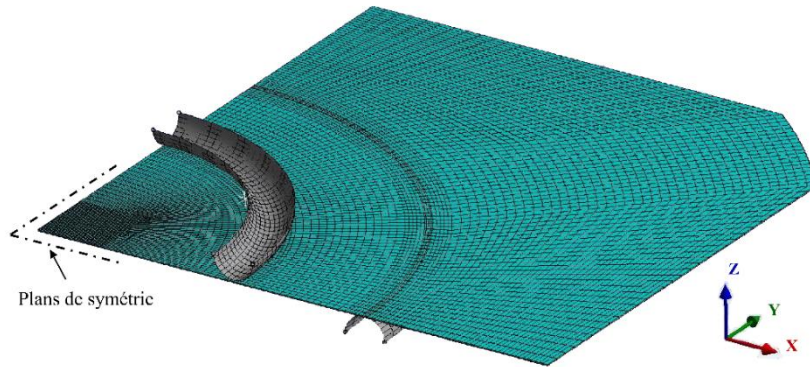


Figure 5. Maillage utilisé pour le modèle EF du montage de flexion RoR

Les anneaux de flexion sont considérés comme des demi-cylindres rigides indéformables. L’anneau de support est fixé dans tous ses degrés de liberté. Le déplacement vertical de l’anneau de chargement est appliqué graduellement, et la matrice de rigidité du wafer est recalculée à chaque itération pour rendre compte des importants changements de géométrie de la plaque lorsqu’elle se déforme. Le contact avec frottement entre les anneaux et la surface du wafer est calculé par l’algorithme du lagrangien augmenté pour un coefficient de frottement de 0,1. L’élasticité anisotrope du silicium monocristallin est modélisée par le tenseur de rigidité orthotrope suivant [15]:

$$C = \begin{pmatrix} 165,7 & 63,9 & 63,9 & & & \\ 63,9 & 165,7 & 63,9 & & & \\ 63,9 & 63,9 & 165,7 & & & \\ & & & 79,6 & & \\ & & & & 79,6 & \\ & & & & & 79,6 \end{pmatrix} (GPa)$$

La Figure 6 compare la courbe force-déplacement obtenue par simulation d’un wafer de 179,5 µm d’épaisseur avec la courbe expérimentale correspondante. La concordance entre expérimental et simulation est très correcte du point de vue de l’allure générale de la courbe.

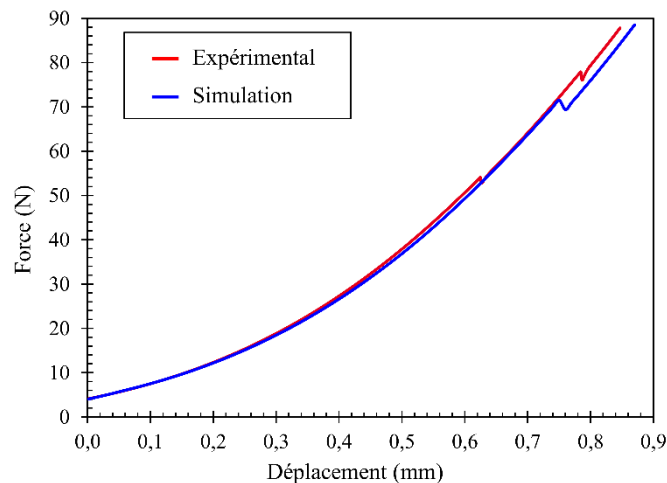


Figure 6. Comparaison entre la courbe force-déplacement expérimentale et la courbe obtenue par simulation EF d’un wafer monocristallin de 179,5 µm d’épaisseur testé en RoR

Par ailleurs, on observe que le phénomène de chute de force soudaine observé expérimentalement est retrouvé numériquement. L’étude de la déformée avant et après cette chute de force confirme bien que celle-ci correspond à un changement de mode de déformation du wafer, ou flambage (Figure 7).

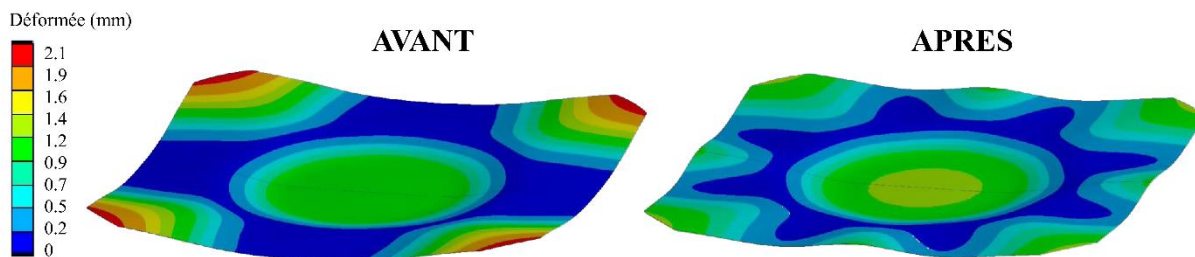


Figure 7. Déformée calculée complète d'un wafer monocristallin de 179,5 μm d'épaisseur avant et après flambage

Néanmoins, la comparaison des courbes de la Figure 6 montre bien que les modes de déformation diffèrent entre l'expérimental et la simulation. Expérimentalement, le wafer change une première fois de mode aux alentours de 0,6 mm puis une deuxième fois à 0,8 mm, alors que le wafer simulé ne flambe qu'une seule fois, pour une valeur de déplacement imposé de 0,75 mm. Sur toutes les simulations réalisées jusqu'à présent pour différentes épaisseurs, seul un mode de flambage est systématiquement observé. Enfin, alors que l'allure de la déformée après flambage calculée numériquement présente naturellement toujours une forme parfaitement symétrique, ce n'est pas toujours le cas expérimentalement, comme l'illustrent les photos en Figure 8.

Toutes ces différences s'expliquent a priori par le fait que le flambage est un phénomène d'instabilité, et que le moindre défaut d'alignement ou de mesure d'épaisseur aura une influence très importante sur le mécanisme. En particulier, il est probable que le montage ne soit en réalité pas parfaitement symétrique, et les symétries du modèle EF d'un quart de plaque ne permettent donc pas de retrouver tous les modes de flambage. Afin d'obtenir numériquement toutes les déformées observables expérimentalement, il faudrait modéliser un wafer entier, et introduire des légers défauts d'alignements des anneaux et du wafer. L'allure générale des courbes force-déplacement étant très similaire expérimentalement et numériquement, il est acceptable de considérer que le modèle éléments finis reproduit correctement le montage et qu'il peut servir d'outil pour mieux comprendre l'état de contraintes.

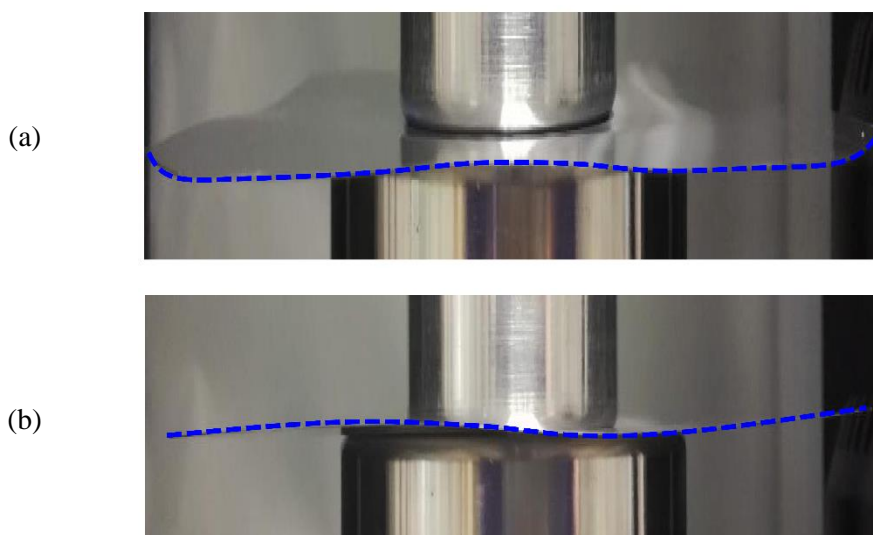


Figure 8. Photos de wafers monocristallins après flambage (a) déformée symétrique conforme à la simulation (b) déformée non symétrique

La distribution des contraintes dans le wafer lors de la simulation se révèle assez complexe, comme illustré en Figure 9. Tout d'abord, la contrainte au centre du wafer, dans la zone située sous l'anneau supérieur, est uniforme tout au long de l'essai. Les zones où la contrainte est maximale se situent sous les anneaux, mais varient selon le mode de déformation du wafer. En effet, l'allure de la déformée avant et après flambage permet bien de comprendre que l'état de contrainte entre les deux modes est très différent. Notamment, dans les zones du wafer qui subissent une inversion de leur sens de déformation, les faces qui étaient auparavant sollicitées en traction sont subitement sollicitées en compression, et vice-versa.

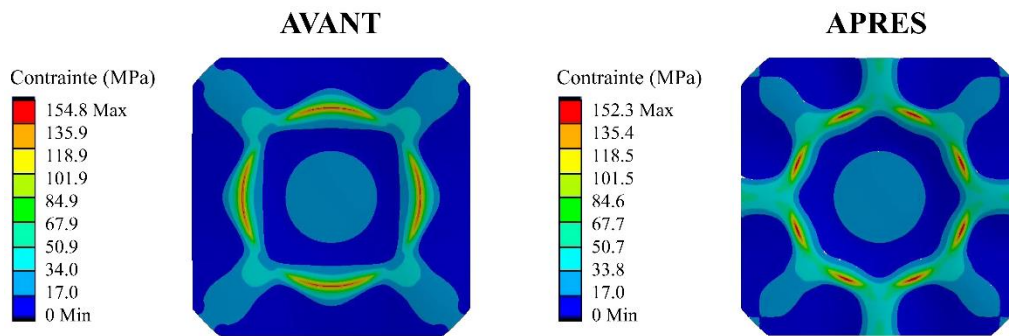


Figure 9. Contrainte maximale principale calculée sur la face supérieure d'un wafer monocristallin de 179,5 µm d'épaisseur avant et après flambage

Le montage RoR présente donc un état de contrainte multiaxial relativement complexe, qui dépend majoritairement de la déformée du wafer lors de son flambage. Pour utiliser le modèle éléments finis comme outil de calcul de contraintes de manière pertinente, il faudrait pouvoir retrouver la déformée exacte de chaque wafer testé expérimentalement par simulation numérique. Or, il est d'une part très complexe d'observer à l'œil nu la déformée réelle de chaque wafer lors de l'essai et, d'autre part, le modèle EF ne permet a priori pas de retrouver tous les modes de flambage observables expérimentalement, comme expliqué précédemment.

Pour ces raisons, nous concluons qu'il n'est pas pertinent d'interpréter les résultats des essais de flexion RoR en termes de valeurs de contraintes, car cela introduirait trop d'incertitudes. Il est plutôt suggéré d'utiliser un ou plusieurs des paramètres suivants :

- La valeur de la force à rupture F_{rupt}
- La valeur du déplacement à rupture δ_{rupt}
- Le nombre de mode de flambage subis par le wafer avant rupture $N_{flambage}$

La suite de cette étude utilisera les deux premiers critères lors de la comparaison de différentes séries de wafers, afin de vérifier leur pertinence.

3 Influence des défauts de bords et de l'état de surface sur le comportement en flexion biaxiale

L'essai de flexion RoR développé à l'échelle du wafer entier a révélé un état de contraintes multiaxial complexe à interpréter. Afin de valider l'intérêt expérimental de cette méthode malgré ces difficultés, ce travail présente une campagne d'essai spécifique visant à vérifier la validité des deux hypothèses suivantes :

1. L'essai RoR est insensible aux défauts de bords des wafers
2. L'essai RoR est sensible aux effets de surface

La validation de la première hypothèse consiste à comparer une série de wafers bruts de découpe de référence avec une série dont les bords ont été volontairement endommagés. Pour valider la deuxième hypothèse, la même série de référence est comparée cette fois avec des wafers polis par attaque chimique, ainsi qu'avec des wafers texturés, c'est-à-dire dont la rugosité de surface a été volontairement modifiée pour diminuer sa réflectivité. Cette procédure permet d'obtenir trois surfaces avec des types d'endommagements fondamentalement différents.

3.1 Préparation des échantillons

Les wafers utilisés pour cette étude ont été obtenus par découpe au fil diamanté d'une brique de silicium monocristallin. Environ 200 wafers consécutifs ont été prélevés en milieu de brique directement après l'étape de sciage. L'épaisseur brute de découpe et la variation d'épaisseur (désignée par la suite comme TTV pour *Total Thickness Variation*) ont été contrôlées pour chaque wafer à l'aide d'un équipement qui utilise des capteurs capacitifs pour mesurer l'épaisseur en 45 points répartis uniformément à la surface du wafer. L'épaisseur moyenne est ensuite calculée comme la moyenne des 45 valeurs, et la TTV comme la différence entre la valeur la plus élevée et la plus faible. Les valeurs d'épaisseur et TTV moyennes mesurées pour tous les wafers sont indiquées dans le Tableau 1.

	Moyenne	Ecart-type
Epaisseur (μm)	180,4	0,9
TTV (μm)	8,5	1,8

Tableau 1. Epaisseur et TTV (moyenne et écart-type) des 200 wafers monocristallins prélevés pour les essais de flexion RoR

Les 200 wafers ont ensuite été échantillonnés en quatre séries de 50. La qualité des wafers pouvant évoluer en fonction de leur position dans la brique, l'échantillonnage a été réalisé de manière alternée, comme illustré en Figure 10.



Figure 10. Méthode d'échantillonnage alternée appliquée aux séries de wafers

Chaque série est ensuite différenciée comme suit :

- Série 1 : wafers bruts de découpe de référence
- Série 2 : wafers avec défauts de bords
- Série 3 : wafers polis par attaque chimique
- Série 4 : wafers texturés

La série 2 a été préparée à l'aide d'un laser de gravure. Celui-ci permet d'introduire quatre défauts sous forme de lignes traversantes dans l'épaisseur, de longueur ≈ 5 mm et d'angles différents. La même configuration et géométrie de défauts a été appliquée à la série de 50 wafers. Les défauts d'un wafer prélevé parmi la série ont été observés au microscope optique (Figure 11).

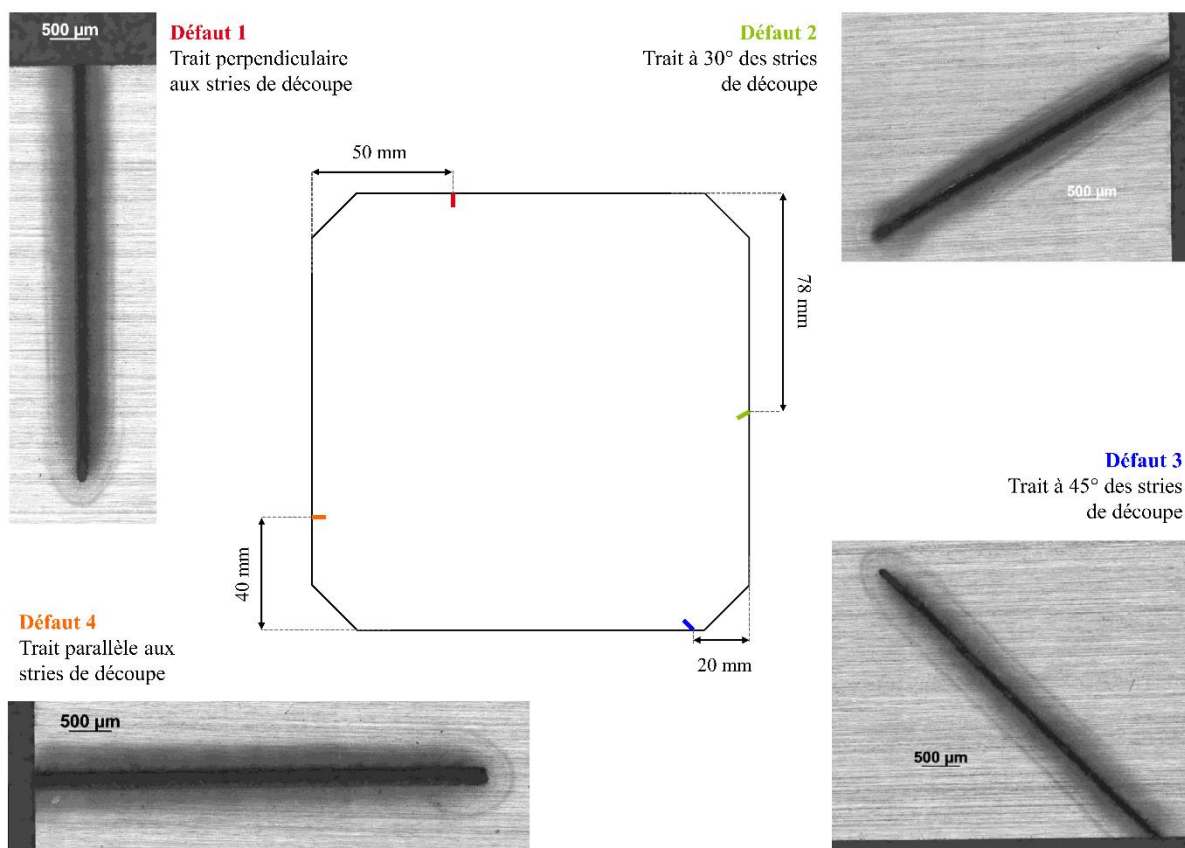


Figure 11. Position, géométrie et images optiques des défauts introduits au laser sur les wafers

La solution utilisée pour l'attaque chimique de la série 3 est composée d'acide nitrique (HNO_3), d'acide acétique (CH_3COOH) et d'acide fluorhydrique (HF) en proportions volumiques respectives 25:25:1. Les wafers ont été répartis en deux paniers de 25 pièces, et chaque panier est immergé dans la solution pendant 20 minutes. Le panier est ensuite retiré de la solution et introduit dans un bac de rinçage à l'eau dé-ionisée pendant une quinzaine de minutes, puis placé dans une étuve où les wafers sont séchés sous air sec à 80°C . L'épaisseur de chacun des wafers a été mesurée à nouveau après l'attaque chimique. La comparaison des épaisseurs moyennes avant et après attaque permet de déterminer l'enlèvement de silicium, c'est-à-dire l'épaisseur de la couche de silicium retirée par l'attaque chimique sur chacune des deux faces. Comme illustré dans le Tableau 2, cet enlèvement est de $4\ \mu\text{m}$ par face. En raison de l'hydrodynamique particulière de la solution chimique lorsqu'elle circule à travers le panier, cet enlèvement est cependant hétérogène d'une part à l'échelle de la série des 50 wafers (les wafers situés au milieu du panier subissent un enlèvement plus important), et d'autre part à l'échelle de la surface du wafer (l'enlèvement est plus faible au centre du wafer). Ceci explique que la TTV des wafers soit moins bonne après attaque chimique (Tableau 2).

	Épaisseur moyenne (μm)	TTV moyenne (μm)
Avant attaque	180,4	8,4
Après attaque	172,5	10,5
Enlèvement moyen par face (μm)	4,0	

Tableau 2. Topologie des wafers de la série 3 avant et après attaque chimique

Dans la chaîne de fabrication des cellules photovoltaïques, l'opération de texturation sert à améliorer la collecte des photons dans toutes les directions en créant de multiples pyramides parfaites à la surface du wafer, ce qui réduit sa réflectivité. Les wafers de la série 4 ont d'abord été nettoyés à l'acide de Caro (acide sulfurique + peroxyde d'hydrogène) pour enlever les molécules organiques à la surface du wafer. Ils ont ensuite été texturés par trempage dans une solution alcaline pendant 14 min. De la même manière que pour la série 3, la mesure d'épaisseur après texturation permet de déduire un enlèvement moyen par face de 6,8 μm (Tableau 3). L'homogénéité de l'enlèvement est meilleure pour la série texturée que pour celle polie chimiquement, et la TTV des wafers après texturation est donc plus faible.

	Epaisseur moyenne (μm)	TTV moyenne (μm)
Avant texturation	180,6	8,3
Après texturation	166,9	6,6
Enlèvement moyen par face (μm)	6,8	

Tableau 3. Epaisseur des wafers de la série 4 avant et après attaque texturation

Suite aux préparations des échantillons, un wafer a été prélevé dans chacune des séries 1, 3 et 4 afin de caractériser leur morphologie de surface au microscope confocal. Des représentations 3D des surfaces observées au grossissement $\times 100$ (étendue de mesure $127 \times 95 \mu\text{m}$) sont présentées en Figure 12.

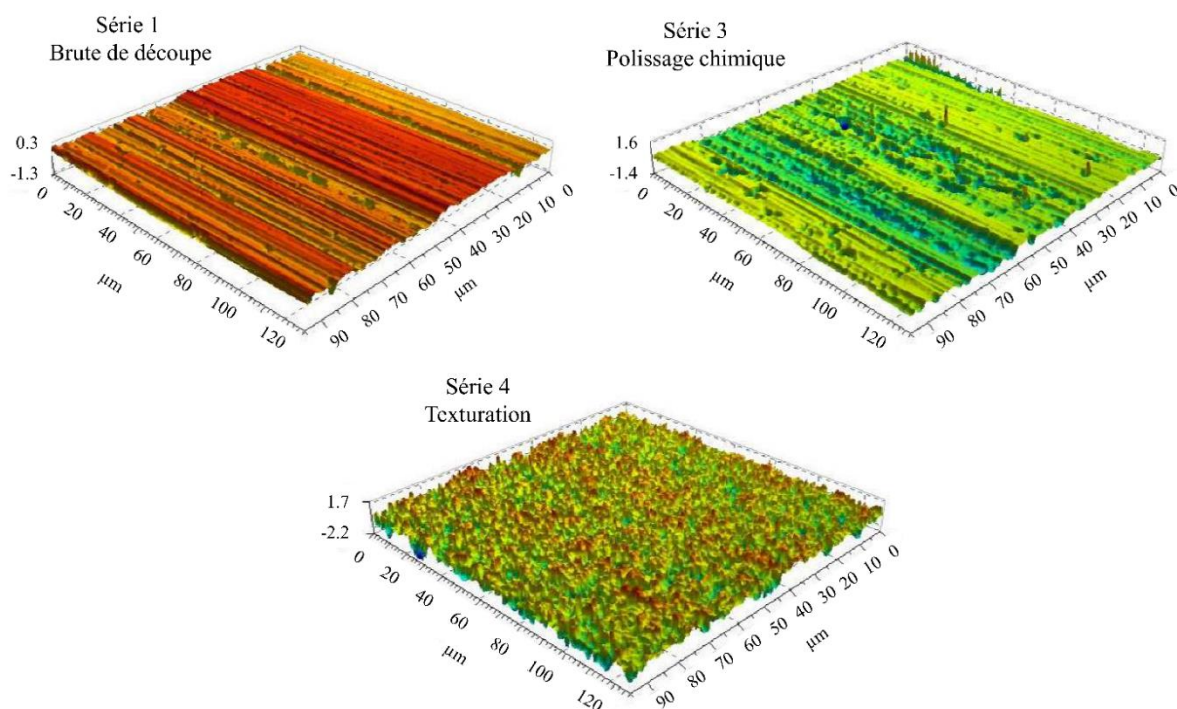


Figure 12. Représentations 3D des cartographies de hauteur obtenues par microscope confocal de la surface d'un wafer brut de découpe, poli et texturé

Le wafer de la série 1 présente la topographie standard d'un wafer brut de découpe au fil diamanté, avec des stries de découpe bien visibles et des cavités distribuées de façon aléatoire. Les traces de sillons de découpe sont toujours observables sur le wafer poli, mais les écaillages et autres défauts se sont ouverts et élargis, et paraissent donc plus lisses. Enfin, le wafer texturé présente la topographie pyramidale très rugueuse typique de cette étape de préparation. Cette caractérisation topographique permet donc de confirmer que les trois séries présentent des caractéristiques d'endommagement de surfaces bien différentes.

3.2 Résultats et discussion

Les essais RoR ont été réalisés sur les quatre séries selon le protocole expérimental détaillé en 2.1. Il est important de rappeler qu'en raison de l'attaque chimique de polissage et de la texturation, l'épaisseur moyenne des séries 3 et 4 est plus faible que celles des séries 1 et 2 (Tableau 4).

	Epaisseur moyenne (μm)	Ecart type (μm)
Série 1 (référence brute de découpe)	180,3	0,8
Série 2 (bords endommagés)	180,2	0,9
Série 3 (polissage chimique)	172,5	1,3
Série 4 (texturation)	166,9	0,8

Tableau 4. Epaisseurs moyennes des quatre séries de wafers monocristallins testés en RoR

La Figure 13 présente les courbes force-déplacement obtenues pour les 50 wafers de chacune des quatre séries. Pour des déplacements inférieurs à 0,6 mm, l'allure des courbes est relativement similaire quelle que soit la série considérée. Mais pour des déplacements plus élevés, de fortes différences de comportement apparaissent. Afin de mieux visualiser ces nuances, la Figure 14 représente les courbes force-déplacement représentatives de chacune des séries. Par ailleurs, les valeurs des forces à rupture et déplacement à rupture moyennes de chaque série sont illustrées en Figure 15.

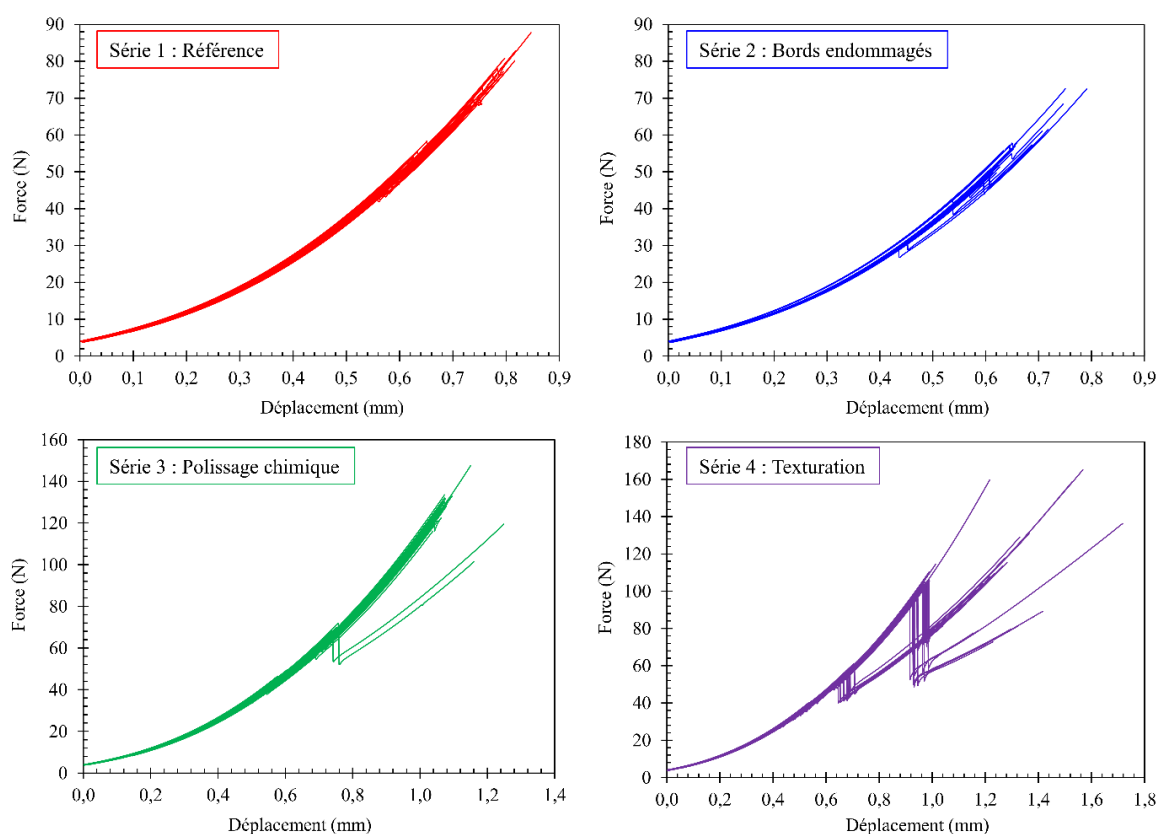


Figure 13. Courbes force-déplacement obtenues pour les 4 séries testées en RoR (50 wafers par série)

Les courbes de la série de référence présentent le profil caractéristique présenté en 2.2. Les wafers subissent un à deux changements de mode de déformation avant la rupture, qui a lieu en moyenne à 64 N. L'analyse des courbes de la série à bords endommagés montre que contrairement à l'hypothèse qui avait été faite, l'existence de défauts périphériques a une influence sur les propriétés mécaniques des

wafers. En effet, la force moyenne à rupture est environ 20% plus faible que pour la série de référence. Plus spécifiquement, on constate que la grande majorité (> 80%) des wafers à bords endommagés « ne survit pas » au premier mode de flambage, c'est-à-dire qu'ils cassent au moment où la plaque essaie de changer de mode de déformation. Ainsi, bien que les contraintes appliquées aux bords du wafer restent très faibles, c'est la modification soudaine de leur valeur lors du flambage qui est à l'origine de la rupture au niveau des défauts, qui agissent comme zones de concentration de contraintes.

La première hypothèse concernant le montage RoR semble donc invalidée, car l'introduction de défauts de bords a modifié la résistance mécanique des wafers. Il apparaît cependant important de nuancer cette conclusion, car les défauts périphériques standards observés sur des wafers suite à la découpe sont de l'ordre de 15 μm , soit 300 fois plus petits que ceux volontairement créés pour cette étude.

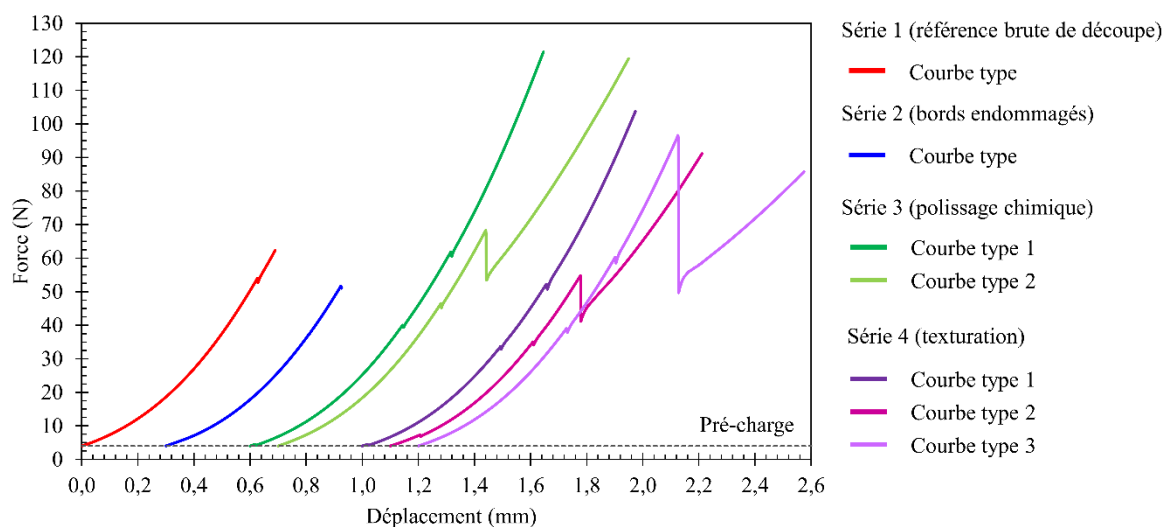


Figure 14. Courbes force-déplacement représentatives de chaque série testée en RoR

Il apparaît néanmoins de manière évidente que l'état de surface des wafers a une influence extrêmement marquée sur leur comportement mécanique en RoR. Les wafers polis et texturés présentent une force à rupture moyenne respectivement 90% et 40% plus importante que les wafers de référence (Figure 15), alors que leur épaisseur moyenne est plus faible. L'analyse des courbes met cependant en évidence que l'état de surface ne modifie pas seulement la valeur de la force maximale que peut supporter le wafer, mais également le comportement en flambage. Les courbes de certains wafers polis et texturés présentent en effet des phénomènes de chute de force très différents de ceux observés pour les wafers de référence. Les courbes force-déplacement des wafers polis peuvent ainsi être classées selon deux types, et celles des wafers texturés selon trois, tous illustrés sur la Figure 14.

Ainsi, la très grande majorité des wafers polis (série 3) change deux à trois fois de mode de déformation avant la rupture, tout en conservant une évolution globale de la force assez continue. Quelques wafers montrent cependant un comportement très différent, avec une chute de la force au deuxième mode de flambage beaucoup plus importante (- 20%) et une légère diminution de la pente de la courbe après cette chute.

Les différences de comportements sont encore plus complexes dans la série des wafers texturés. On observe cette fois-ci trois types de courbes différentes. Les deux premières ont la même allure que celles décrites pour la série de wafers polis, mais la troisième est encore fondamentalement différente : c'est cette fois au troisième mode de flambage que la force chute drastiquement (- 50%) avant d'augmenter de nouveau avec une pente beaucoup plus faible. Visuellement, ces changements de mode plus brutaux se caractérisent par une déformée du wafer suite au flambage beaucoup plus accentuée, et parfois fortement asymétrique.

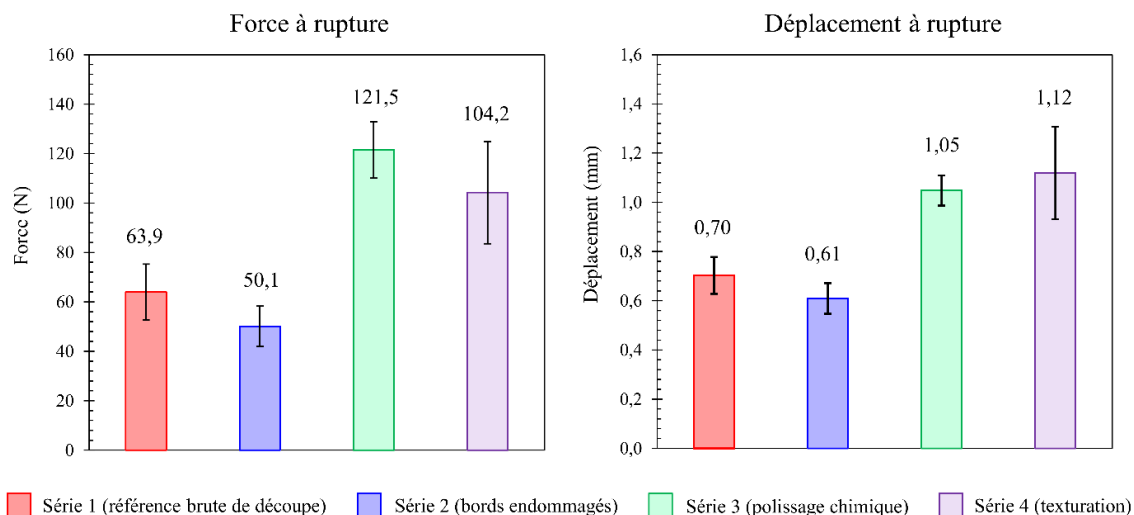


Figure 15. Force et déplacement à rupture (moyenne et écart-type) de chaque série testée en RoR

Les limites des critères F_{rupt} et δ_{rupt} comme outils d'évaluation sont mises en évidence lorsque l'on essaie de comparer les séries 3 et 4 : il n'est pas évident de savoir quel type d'état de surface, texturé ou poli, présente la meilleure résistance mécanique. En effet, les wafers texturés étant plus fins, il est relativement logique que la force à rupture soit plus faible et le déplacement à rupture plus élevé que pour les wafers polis. Ainsi, pour pouvoir utiliser ces critères de manière pertinente, il est nécessaire de comparer des wafers d'épaisseurs équivalentes.

4 Conclusion

Dans le domaine de l'étude du comportement mécanique des wafers de silicium, il n'existe pas de norme d'essai permettant de solliciter un wafer entier (156 x 156 mm) en flexion biaxiale. Or, ce type d'essai peut s'avérer très intéressant, car il permet en théorie de s'affranchir de l'influence des défauts périphériques du wafer et de se concentrer sur l'étude de l'état de surface. Le but de cette étude était donc de proposer une méthodologie d'essai de flexion biaxiale Ring on Ring à l'échelle d'un wafer. Nous avons présenté la géométrie choisie et le protocole expérimental permettant de tester jusqu'à rupture une série de wafers monocristallins. Les résultats bruts des essais sont présentés à l'aide des courbes force-déplacement. Nous essayons de comprendre les phénomènes de flambage observés lors de l'essai à l'aide d'un modèle éléments finis reproduisant un quart du montage expérimental. Enfin, afin de valider la pertinence et l'intérêt de cette méthode d'essai pour l'évaluation des propriétés mécaniques de wafers de silicium, une campagne d'essais spécifiques a été réalisée afin de vérifier les hypothèses selon lesquelles l'essai est insensible aux défauts de bords et sensible aux différents états de surface. Les principaux résultats de ce travail sont résumés ci-dessous :

- Lors de l'essai, les wafers testés changent de mode de déformation une à deux fois avant la rupture, phénomène que l'on peut assimiler à du flambage. Le modèle éléments finis permet de reproduire ce flambage, mais dans des conditions parfaitement symétriques qui ne reproduisent pas toujours la déformée observée expérimentalement.
- L'état de contraintes dans le wafer lors de l'essai est multiaxial, complexe et dépend fortement du mode de flambage observé. L'interprétation des résultats en termes de contraintes est donc impossible sans introduire des incertitudes trop élevées. Les différentes séries de wafers sont donc comparées par rapport à la valeur de force à rupture, de déplacement à rupture et du nombre de modes de flambage observés. Cependant, la comparaison rigoureuse de ces paramètres implique de travailler sur des wafers de mêmes épaisseurs.

- L'hypothèse selon laquelle l'essai est insensible aux défauts de bords est invalidée, du moins pour des dimensions de l'ordre du millimètre.
- L'hypothèse selon laquelle le wafer est fortement sensible aux différents états de surface est validée.

Compte tenu de la taille très importante des défauts introduits sur les bords des wafers pour cette étude, il est possible d'émettre une conclusion plus nuancée : bien que l'essai de flexion RoR ne soit pas totalement insensible aux défauts périphériques, il est beaucoup plus sensible aux effets de surface. Cette méthode peut donc être pertinente pour comparer l'influence de différents états de surface des wafers, et en particulier de différents paramètres de découpe au fil, sur leurs propriétés mécaniques, à condition de comparer des wafers d'épaisseurs équivalentes.

Remerciements

Ce travail est financé par l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie. Les auteurs tiennent également à remercier Nelly Plassat pour son aide précieuse lors de l'utilisation du laser, ainsi que Nicolas Enjalbert et Rémi Monna pour les opérations d'attaque chimique et de texturation.

Références

- [1] International Technology Roadmap for Photovoltaic (ITRPV), 10th edition, 2019.
- [2] A. Bidiville, K. Wasmer, R. Kraft, C. Ballif, Diamond wire-sawn silicon wafers—from the lab to the cell production, in: Proc. 24th EU PV-SEC, 2009: pp. 1400–1405.
- [3] T. Suzuki, Y. Nishino, J. Yan, Mechanisms of material removal and subsurface damage in fixed-abrasive diamond wire slicing of single-crystalline silicon, *Precis. Eng.* 50 (2017) 32–43.
- [4] C. Yang, H. Wu, S. Melkote, S. Danyluk, Comparative Analysis of Fracture Strength of Slurry and Diamond Wire Sawn Multicrystalline Silicon Solar Wafers, *Adv. Eng. Mater.* 15 (2013) 358–365.
- [5] H. Sekhar, T. Fukuda, K. Tanahashi, K. Shirasawa, H. Takato, K. Ohkubo, H. Ono, Y. Sampei, T. Kobayashi, The impact of saw mark direction on the fracture strength of thin (120 μm) monocrystalline silicon wafers for photovoltaic cells, *Jpn. J. Appl. Phys.* 57 (2018) 095501.
- [6] J. Barredo, V. Parra, I. Guerrero, A. Fraile, L. Hermanns, On the mechanical strength of monocrystalline, multicrystalline and quasi-monocrystalline silicon wafers: a four-line bending test study, *Prog. Photovolt. Res. Appl.* (2013)
- [7] A.S. Azar, B. Holme, Ø. Nielsen, Effect of sawing induced micro-crack orientations on fracture properties of silicon wafers, *Eng. Fract. Mech.* 154 (2016) 262–271.
- [8] F. Kaule, B. Köhler, J. Hirsch, S. Schoenfelder, D. Lausch, Improved mechanical strength and reflectance of diamond wire sawn multi-crystalline silicon wafers by inductively coupled plasma (ICP) etching, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells.* 185 (2018) 511–516.
- [9] DIN SPEC 91351: Strength testing for photovoltaic wafers, (2017).
- [10] G. Coletti, N. Van Der Borg, S. De Iuliis, C.J.J. Tool, L.J. Geerligs, Mechanical strength of silicon wafers depending on wafer thickness and surface treatment, *A. 2000* (2006) 86.
- [11] S. Gouttebroze, H.I. Lange, X. Ma, R. Gløckner, B. Emamifard, M. Syvertsen, M. Vardavoulias, A. Ulyashin, Comparative analysis of mechanical properties of Si substrates processed by different routes, *Phys. Status Solidi A.* 210 (2013) 777–784.
- [12] V.A. Popovich, W. Geerstma, M. Janssen, I.J. Bennett, I.M. Richardson, Mechanical Strength of Silicon Solar Wafers Characterized by Ring-On-Ring Test in Combination with Digital Image Correlation, in: EPD Congr. 2015, Springer, 2015: pp. 241–248.
- [13] F.F. Vitman, G.M. Bartenev, V.P. Pukh, L.P. Tsepkov, A method for measuring the strength of sheet glass, *Steklo Keram.* 19 (1962) 9–11.
- [14] ASTM International, Standard Test Method for Monotonic Equibiaxial Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature, ASTM C1499-05, (2005).
- [15] J.J. Hall, Electronic effects in the elastic constants of n-type silicon, *Phys. Rev.* 161 (1967) 756.