

УДК 621.891:621.893:539.422.52

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТРАВЛЕНИЯ НА ТОПОГРАФИЮ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЕВЫХ ПЛАСТИН И ИХ АДГЕЗИОННЫЕ СВОЙСТВА

© 2025 г. О. О. Щербакова^{а,*}, Т. И. Муравьева^а, И. Ю. Цуканов^а

^аИнститут проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, 119526 Россия

*e-mail shcherbakovaoo@mail.ru

Поступила в редакцию 24.06.2024 г.

После доработки 15.08.2024 г.

Принята к публикации 15.08.2024 г.

В конструкции определенного класса микроэлектромеханических систем используют контактные пары, состоящие из кремниевой пластины и элемента из менее жесткого материала. При механическом нагружении таких контактов адгезионное взаимодействие поверхностей играет существенную роль в связи с их относительной гладкостью. Силы адгезии в контакте поверхностей будут существенно зависеть от их топографии. Изучены образцы из электротехнического кремния, подвергнутые травлению в среде кислот $\text{KO}+\text{KOH}+\text{KNO}_3$, отличающейся соотношением ее составляющих и временем воздействия. Исследовано состояние поверхности образцов методами оптической, электронной и зондовой микроскопии. Методом зондовой микроскопии определены параметры шероховатости поверхностей после травления. Увеличение времени травления приводит к увеличению шероховатости поверхности. Концентрация кислот влияет на топографию поверхности образцов — повышение концентрации способствует формированию поверхности с регулярным микрорельефом, близким по форме неровностей к синусоидальной волнистости. Предложена теоретическая модель для оценки влияния параметров микрорельефа на силу адгезии в контакте с гладкой поверхностью. Результаты моделирования показали, что наибольшее влияние на адгезионные свойства поверхностей образцов оказывают высотные параметры шероховатости.

Ключевые слова: микроэлектромеханические системы, кремниевые пластины, травление в среде кислот, шероховатость поверхности, регулярный микрорельеф, контактное взаимодействие, адгезия, растровая электронная микроскопия, сканирующая зондовая микроскопия.

DOI: 10.31857/S1028096025010158, **EDN:** AAARQN

ВВЕДЕНИЕ

Микроэлектромеханические системы (МЭМС) широко применяются в различных областях техники [1–4]. Известно, что кремний используют для создания большинства микросхем и микроконтактов, применяемых в электронике, в том числе и при изготовлении МЭМС. При механическом воздействии на кремний энергия деформации практически не рассеивается. Также кремний очень надежен при сверхчастых движениях, так как он очень слабо подвержен усталости и может работать в диапазоне от миллиардов до триллионов циклов без разрушения. В настоящее время наблюдается повышенный интерес к исследованию

поверхностных сил притяжения и отталкивания, которые становятся доминирующими на микро- и наноуровнях, а также к факторам, влияющим на эти силы. Один из таких важных факторов — шероховатость, которая оказывает непосредственное влияние на адгезию контактирующих поверхностей. Поэтому изучение адгезионного взаимодействия поверхностей с учетом их топографии актуально для изготовления МЭМС, что отражено в теоретических и экспериментальных исследованиях.

В зависимости от типа соединений деталей адгезия может оказывать как положительное, так и отрицательное влияние на работу устройства

(например, явление “залипания” в МЭМС изучено в [5, 6]). Залипание является частой причиной отказа МЭМС [7], также называемой спонтанной адгезией [8, 9]. Если поверхностные силы будут слишком велики, то поверхности после “залипания” не смогут быть снова разделены [10]. В [8] предложен подход для исследования явления “залипания”, основанный на использовании метода конечных элементов.

Результаты исследований [11] адгезии полимерных пленок показали, что наличие шероховатости уменьшает воздействие поверхностных сил. В опытных образцах сила адгезии снизилась до 60% при наличии сферических нановыступов на поверхности. Из [12] следует, что большое влияние на силу отталкивания оказывает геометрия неровностей. Также исследования [13, 14] показали, что шероховатость может как уменьшать, так и увеличивать адгезионное взаимодействие поверхностей, в частности силу отрыва. Учитывая данный факт, для управления силами адгезии можно создавать различную регулярную топографию на контактирующих поверхностях.

Одним из распространенных видов технологической обработки кремниевых пластин является их химическое травление в среде кислот. В зависимости от вида и режимов травления поверхность кремниевых пластин приобретает различную топографию. Если в результате травления образуется регулярный микрорельеф, то адгезионные свойства такой поверхности могут быть оценены не только экспериментально, но и теоретически на основе методов механики контактного взаимодействия.

Целями работы были изучение влияния различных режимов травления кремниевых пластин на топографию поверхности и теоретическая оценка влияния экспериментально полученных параметров микрорельефа на силу отрыва поверхности от упругого плоского контртела.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В работе изучены поверхности образцов из электротехнического кремния с исходной шероховатостью $R_a \approx 0.02 \pm 0.005$ мкм, которые были подвергнуты травлению в среде кислот $KO+KOH+KNO_3$, отличающейся соотношением ее составляющих и временем воздействия (табл. 1). Травление образцов происходило при одинаковой температуре $85^\circ C$ во всех тестах.

Для изучения топографии поверхности образцов применяли комплексную методику. Для качественной оценки влияния травителя и времени его действия на исходную поверхность образцов использовали оптический микроскоп Neophot-2 с системой наблюдения изображения в цифровом формате посредством программного обеспечения Image Scope. С целью более подробного изучения поверхностей, для которых на первом шаге было установлено удовлетворительное действие кислот, исследования проводили в растровом электронном микроскопе (РЭМ) FEI Quanta 65 в высоком вакууме с ускоряющим напряжением 25 кВ в режиме детектирования вторичных электронов, позволяющем получать информацию о тонком поверхностном слое. Исследование поверхности с нанометровым разрешением проведено с помощью сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) Smart SPMTM в режиме тейпинга (полуконтактный режим “обстукивания” с резонансной частотой 250 кГц) с использованием кантилевера $\varphi N10$ с радиусом кривизны острия 20 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты исследования топографии поверхности образцов

Оптическая микроскопия позволила оценить поверхность на макроуровне. На рис. 1 представлены изображения всех образцов после травления.

Таблица 1. Методика травления исследуемых образцов

№ образца	Содержание кислот в среде, %			Время травления
	KO	KOH	KNO_3	
1	40	20	10	15
2	40	20	10	30
3	40	20	10	50
4	40	10	5	20
5	40	10	5	30
6	40	10	5	55

Исследование на макроуровне показало, что режимы травления, применяемые для образцов 4, 5 и 6, привели к образованию нерегулярного рельефа, плохо коррелирующего с режимами травления. Режимы травления образцов 1, 2 и 3 привели к формированию на поверхности анизотропного микрорельефа, близкого к периодическому, причем форма микрорельефа зависела от времени травления. Поэтому для дальнейшего подробного изучения поверхности были выбраны образцы 1, 2 и 3.

На рис. 2 представлены РЭМ-изображения их поверхностей при увеличении 6000 \times . Полученные изображения показывают, что травленая по-

верхность образцов имеет чешуйчатое строение. Для образцов 1, 2 и 3 средний шаг между соседними вершинами чешуек составил 3,6, 5,7 и 7,7 мкм соответственно. Увеличение времени травления приводит к росту высоты выступов шероховатости поверхности и расстояния между ними.

Использование метода СЗМ позволило получить высокое разрешение профилей и определить параметры шероховатости поверхностей. На рис. 3 представлены СЗМ-изображения поверхностей образцов в поле 100 \times 100 мкм и соответствующие профили в поперечном направлении чешуек.

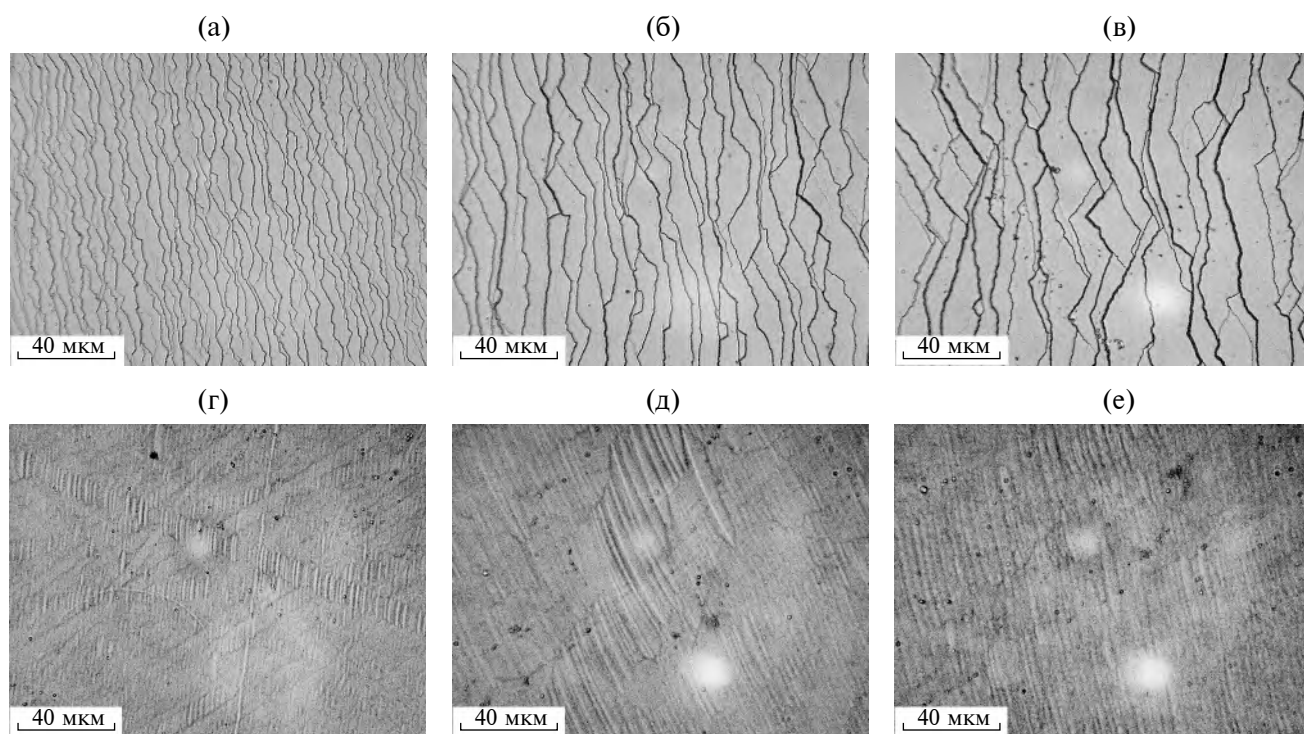


Рис. 1. Изображения поверхностей образцов кремния 1 (а), 2 (б), 3 (в), 4 (г), 5 (д), 6 (е) после травления, полученные с помощью оптического микроскопа.

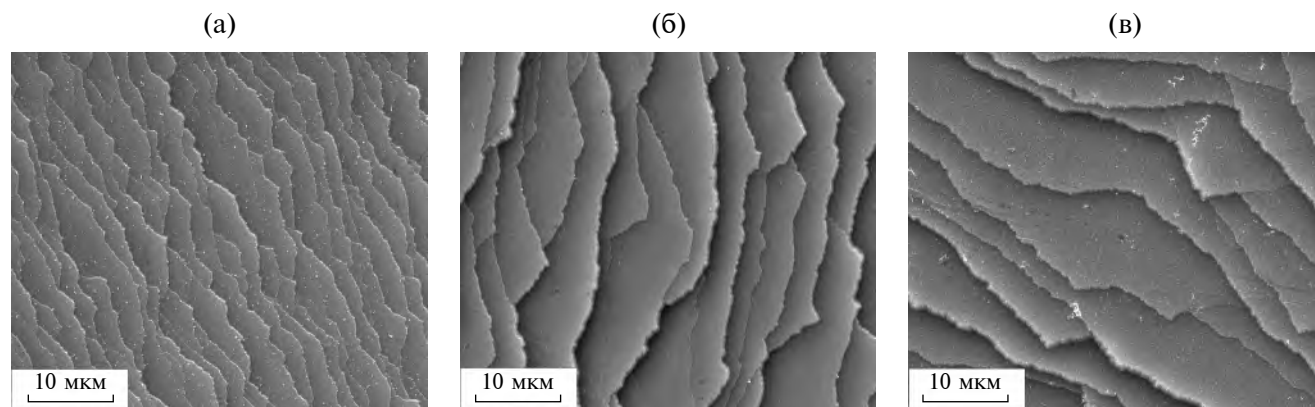


Рис. 2. РЭМ-изображения поверхностей образцов 1 (а), 2 (б), 3 (в).

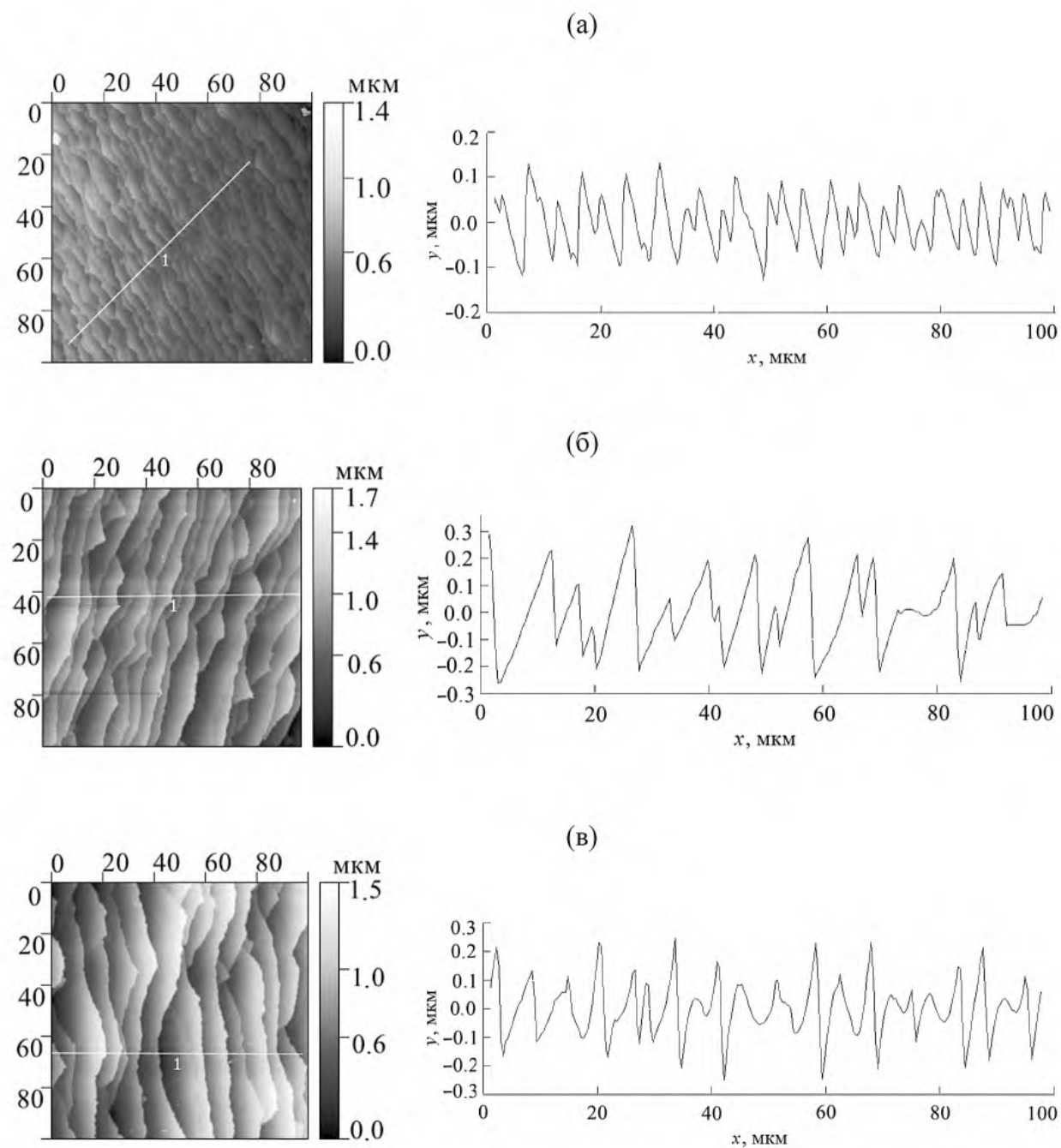


Рис. 3. СЗМ-изображения (слева) и профилограммы шероховатости (справа) поверхностей образцов 1 (а), 2 (б), 3 (в) вдоль линий, обозначенных на изображениях.

Таблица 2. Параметры шероховатости исследуемых образцов

Номер образца	R_a , нм	R_{max} , нм	R_z , нм	S_m , мкм
1	46	253	220	3.6
2	54	458	434	5.7
3	69	476	441	7.7

Параметры шероховатости каждого образца представлены в табл. 2. Анализ полученных данных показывает, что высота шероховатости образцов увеличивается в 2–3.5 раза в зависимости от условий травления образца по сравнению с исходной шероховатостью кремниевой пластины. С увеличением времени травления в 2 и в 3.3 раза по отношению к минимальному в тестах (15 мин) среднеарифметическое отклонение профиля (R_a) возрастает в 1.2 и 1.5 раза соответственно. С увеличением времени травления в 2 и в 3.3 раза растет и средний шаг неровностей профиля шероховатости (в 1.6 и 2.1 раза соответственно).

Расчетная модель

Для сравнительной оценки влияния режимов травления кремниевых пластин на силу адгезии к поверхности материалов, имеющих низкий модуль упругости и применяемых в гибких МЭМС, например полидиметилсилоксане [15], использовали расчетную модель. Она основана на решении контактной задачи для взаимодействия жесткой волнистой поверхности и упругой полуплоскости с учетом межмолекулярного взаимодействия в зазоре между поверхностями. При учете результатов измерения топографии поверхностей кремниевых образцов для описания формы микрорельефа использована синусоидальная волнистость, описываемая функцией:

$$f(x) = \Delta(1 - \cos(2\pi x / \lambda)), \quad (1)$$

где Δ , λ — амплитуда и период волнистости соответственно. В качестве высоты волнистости 2Δ будем использовать параметр шероховатости R_z , отражающий усредненную по пяти пикам и пяти впадинам высоту профиля [16]. В качестве

периода λ — средний шаг неровностей профиля шероховатости S_m .

Схема контактной задачи, используемой в расчетной модели, приведена на рис. 4а. Для моделирования адгезии в зазоре между поверхностями использована модель Можи–Дагдейла [17, 18], предполагающая, что вне области контакта действует постоянное давление $-p_0$, аппроксимирующее потенциал Леннард–Джонса, используемый для описания действия межмолекулярных сил (рис. 4б). Была использована теория малых упругих деформаций и аппроксимация контактирующих тел полуплоскостями. Эти допущения сделаны вследствие малости углов наклона неровностей $\Delta \ll \lambda$ (табл. 2).

Тело с волнистой поверхностью считали жестким, а упругость материала тела учитывали с помощью приведенного модуля E^* [18], что допустимо при аппроксимации контактирующих тел полуплоскостями в рамках линейной теории упругости. Приведенный модуль E^* определяется согласно выражению:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2}, \quad (2)$$

где E_1 , E_2 , ν_1 , ν_2 — модули Юнга и коэффициенты Пуассона материалов упругих тел с волнистой и плоской поверхностями соответственно.

Контактное давление с учетом действия межмолекулярных сил в зазоре между поверхностями согласно принятой модели можно определить по формуле [19]:

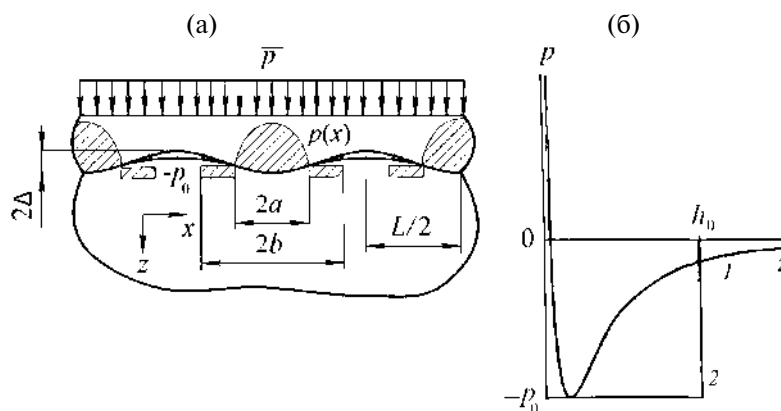


Рис. 4. Схема контактной задачи (а) и аппроксимация потенциала Леннард–Джонса (I) кусочно-постоянной функцией (2) согласно модели Можи–Дагдейла (б).

$$p(x) = \frac{2\pi\Delta E^*}{L} \sqrt{\sin^2 \frac{\pi a}{L} - \sin^2 \frac{\pi x}{L}} \times \\ \times \cos \frac{\pi x}{L} - \frac{2}{\pi} p_0 \operatorname{atg} \times \\ \times \left(\frac{\cos^2 \frac{\pi a}{L}}{\cos^2 \frac{\pi b}{L}} - 1 \right) \left(\frac{\cos^2 \frac{\pi a}{L}}{1 - \frac{\cos^2 \frac{\pi a}{L}}{\cos^2 \frac{\pi x}{L}}} \right), |x| \in [0, a] \\ - p_0, |x| \in [a, b] \quad (3)$$

Полуширину b зоны действия давления p_0 вследствие наличия адгезионного взаимодействия зазора определим из энергии адгезионного взаимодействия γ как площадь под графиком кусочно-постоянной функции 2, аппроксимирующей потенциал Леннард–Джонса I (рис. 4б) [17]:

$$h(b) = \gamma/p_0, \quad (4)$$

где γ — поверхностная энергия взаимодействующих материалов, $h(x)$ — функция зазора между поверхностями, которая определяется разностью между профилями исходной (недеформируемой) волнистой поверхности и упругими деформациями плоской поверхности, если начало координат в точке $x = 0$:

$$h(x) = f(x) - u_z(x), x \in [a, L/2], \quad (5)$$

где величина упругих перемещений полуплоскости определяется как

$$\bar{u}_z(x) = \frac{2}{\pi E^*} \int_a^L p(\xi) \ln \left(2 \left| \sin \frac{x - \xi}{2} \right| \right) d\xi + C. \quad (6)$$

В формуле (6) C — константа, определяющая начало отсчета упругих смещений. Для исключения неизвестной константы в выражении (6) вычисляли относительную функцию зазора, т.е. $\tilde{h}(x) = h(x) - h(a)$. Длины областей контакта и адгезии ($2a$ и $2b$) рассчитывали численно с использованием условия (4), записанного в виде:

$$(f(b) - f(a)) - (u_z(b) - u_z(a)) = \gamma/p_0. \quad (7)$$

В качестве результата оценивали номинальное контактное давление \bar{p} :

$$\bar{p} = \frac{1}{L} \int_{-a}^a p(x) dx \quad (8)$$

в зависимости от среднего смещения деформируемой поверхности \bar{h} , где

$$\bar{h} = \frac{1}{L} \int_{\frac{L}{2}}^L u_z(x) dx - u_z(a), x \in [a, L/2]. \quad (9)$$

Результаты расчета периодической модели

На рис. 5 приведены графики зависимостей, рассчитанные для периодической модели шероховатости (выражение (1)) поверхностей трех образцов при $\gamma = 128$ Дж/м² и $p_0 = 10$ ГПа. Отрицательные значения номинального давления \bar{p} соответствуют положительному среднему смещению поверхностей \bar{h} (процесс отрыва).

Влияние адгезии можно охарактеризовать величиной силы отрыва, представляющей собой минимальное номинальное давление на графиках в области отрицательных значений (рис. 5). Ре-

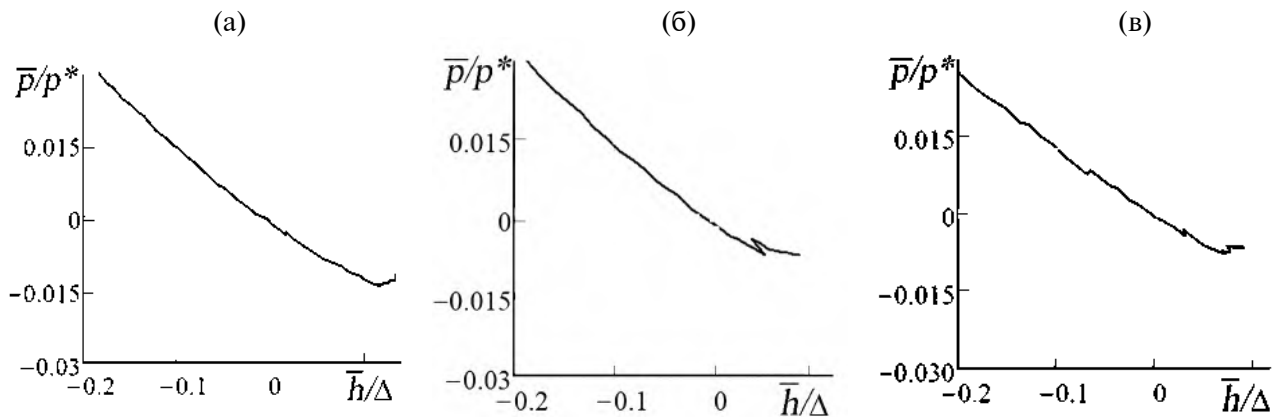


Рис. 5. Зависимости безразмерного номинального давления от безразмерного среднего смещения волнистой поверхности при контакте с учетом адгезионных сил в зазоре для образцов 1 (а), 2 (б), 3 (в).

результаты моделирования показали, что в отличие от контакта волнистых поверхностей без учета адгезии в зазоре [20] высотные и шаговые параметры шероховатости (амплитуда и период) влияют на контактные характеристики неодинаково. Наилучшими адгезионными свойствами обладает поверхность образца 1, имеющая минимальные параметры R_z и S_m . С увеличением этих параметров примерно в два раза (образец 3) сила отрыва падает пропорционально. При дальнейшем существенном уменьшении параметра R_z и уменьшении среднего шага неровностей S_m в 1.4 раза по сравнению с образцом 3 (образец 2) сила отрыва снизилась лишь незначительно. Это качественно характеризует превалирующее влияние высотных параметров неровностей на адгезионные свойства регулярно шероховатых поверхностей, например, получаемых при травлении кремниевых пластин.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено экспериментальное исследование поверхности кремниевых пластин после травления в среде кислот при различном времени воздействия и процентном составе раствора. Обнаружено, что концентрация кислот существенно влияет на топографию поверхности кремния. Оптическая микроскопия дала возможность оценить поверхность на макроуровне. Выявлено, что режимы травления образцов 1, 2 и 3 (при 40% KO, 20% КОН и 10% KNO₃) способствовали формированию поверхности с регулярным микрорельефом, нанесенным вдоль одного направления и близким по форме к синусоидальной волнистости. На основании исследований, проведенных методами РЭМ и СЗМ, для образцов с регулярной шероховатостью установлены различия в морфологии поверхности на микро- и наноуровнях. Метод электронной микроскопии позволил оценить размеры неровностей шероховатости. Также установлено, что увеличение времени травления приводит к увеличению шероховатости поверхности. Методом зондовой микроскопии определены параметры шероховатости (R_a , R_{max} , R_z) поверхностей. Показано, что повышение концентрации кислот способствует формированию на кремниевых пластинах регулярного микрорельефа, влияющего на адгезионное взаимодействие шероховатых поверхностей, особенно в паре с поверхностью материала, имеющего низкий модуль упругости.

Разработана теоретическая модель для оценки адгезионных свойств регулярно шероховатой поверхности при упругом контакте на основе подхода Можи–Дагдейла к аппроксимации потенциала Леннард–Джонса, действующего в межконтат-

ном зазоре. Результаты моделирования для исследованных образцов показали, что наибольшее влияние на адгезионные свойства поверхностей оказывают высотные параметры шероховатости.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы благодарны к.т.н. И.Н. Ковалевой за предоставленные образцы. Работа выполнена по теме государственного задания № 123021700050-1.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Белов Л.А. // Электроника: Наука, технология, бизнес. 2008. № 2. С. 20.
2. Verma G., Mondal K., Gupta A. // Microelectron. J. 2021. V. 118. P. 105210.
<https://doi.org/10.1016/j.mejo.2021.105210>
3. Невлюдов И.Ш., Евсеев В.В., Бортникова В.О. // Технология приборостроения. 2014. № 1. С. 47.
4. Tuan A.P., Hold L., Lacopi A., Nguyen T.-K., Cheng H.H., Dinh T., Dao D.V., Ta H.T., Nguyen N.-T., Phan H.-P. // Sensors Actuators. A. 2021. V. 317. P. 112474.
<https://doi.org/10.1016/j.sna.2020.112474>
5. Zhuang Y.X., Menon A. // Tribol. Lett. 2005. V. 19. № 2. P. 111.
<https://doi.org/10.1007/s11249-005-5088-1>
6. Svetovoy V.B., Melenev A.E., Lokhanin M.V., Palasantzas G. // Appl. Phys. Lett. 2017. V. 111. № 1. P. 011603.
<https://doi.org/10.1063/1.4991968>
7. Wu L., Golinval J.-C., Noels L. // Tribol. Int. 2013. V. 57. P. 137.
<https://doi.org/10.1016/j.triboint.2012.08.003>
8. Ardito R., Corigliano A., Frangi A. // Eur. J. Mech. A. 2013. V. 39. P. 144.
<https://doi.org/10.1016/j.euromechsol.2012.11.008>
9. Ardito R., Frangi A., Corigliano A., De Masi B., Cazzaniga G. // Microelectron. Reliab. 2012. V. 52. P. 271.
<https://doi.org/10.1016/j.microrel.2011.08.021>
10. Ling F.Z., De Coster J., Lin W.-Y., Witvrouw A., Celis J.-P., De Wolf I. // Sensors Actuators. A. 2012. V. 188. P. 320.
<https://doi.org/10.1016/j.sna.2012.01.011>
11. Balabanava N., Wierzbicki R., Zielecka M., Rymuza Z. // Microelectron. Eng. 2007. V. 84. Iss. 5–8. P. 1227.
<https://doi.org/10.1016/j.mee.2007.01.183>
12. Kolahdoozan M., Kiani A., Heidari P., Oveissi S. // Appl. Surf. Sci. 2019. V. 481. P. 531.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.02.252>
13. Briggs G.A.D., Briscoe B.J. // J. Phys. D. 1977. V. 10. P. 2453.
14. Guduru P.R., Bull C. // J. Mech. Phys. Solids. 2007. V. 55. Iss. 3. P. 473.
<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2006.09.007>

15. Jeong J., Chou N., Kim S. // 6th Int. IEEE/EMBS Conf. on Neural Engineering (NER). San Diego, USA, 2013. P. 911.
16. ГОСТ 2789-73. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики.
17. Maugis D. // J. Colloid Interface Sci. 1992. V. 150. P. 243.
[https://doi.org/10.1016/0021-9797\(92\)90285-T](https://doi.org/10.1016/0021-9797(92)90285-T)
18. Горячева И.Г. Механика фрикционного взаимодействия. М.: Наука, 2001. 478 с.
19. Hui C.Y., Lin Y.Y., Baney J.M., Kramer E.J. // J. Polymer Sci. B. 2001. V. 39. Iss 11. P. 1195.
<https://doi.org/10.1002/polb.1094>
20. Goryacheva I.G., Tsukanov I.Y. // Front. Mech. Eng. 2020. V. 6. P. 1.
<https://doi.org/10.3389/fmech.2020.00045>

Influence of Etching Modes on the Surface Topography of Silicon Plates and Their Adhesion Properties

O. O. Shcherbakova^{1, *}, T. I. Muravyeva¹, I. Yu. Tsukanov¹

¹*Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics, Russian Academy of Sciences,
Moscow, 119526 Russia*

*e-mail: shcherbakovao@mail.ru

In the design of a certain class of microelectromechanical systems, contact pairs are used consisting of a silicon plate and an element made of softer material. Under mechanical loading of such contacts, the adhesive interaction of the surfaces plays a significant role due to their relative smoothness. The adhesion forces in the contact of surfaces will significantly depend on their topography. The samples of electrical silicon etched in a medium of acids KOH+KNO₃, differing in the ratio of its components and exposure time, are studied. The condition of the surface of the samples was investigated using optical, electron and probe microscopy. The parameters of surface roughness after etching have been determined using probe microscopy. An increase in the etching time leads to an increase in the surface roughness. The concentration of acids affects the surface topography of the samples, i.e., an increase in concentration promotes the formation of a surface with a regular microrelief, close in the shape of irregularities to sinusoidal waviness. A mathematical model is proposed to assess the influence of microrelief parameters on the adhesion force in contact with a smooth elastic surface. The calculation results have shown that the height parameters of roughness have the greatest influence on the adhesion properties of the sample surfaces.

Keywords: microelectromechanical systems, silicon plates, acid etching, surface roughness, regular microrelief, contact interaction, adhesion, scanning electron microscopy, scanning probe microscopy.