

06

Исследование поверхности и подповерхностного слоя подложек, полученных из CVD-алмазов после ультратонкой полировки

© В.Е. Кан,^{1,2} А.Л. Худолей,³ Д.В. Иржак,⁴ М.А. Князев,⁴ Т.Б. Теплова¹

¹ФРЕЗАРТ СВ,
117587 Москва, Россия

²Омский научный центр СО РАН,
644024 Омск, Россия

³Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси,
220072 Минск, Беларусь

⁴Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия
e-mail: vasilij_kan@mail.ru

Поступило в Редакцию 24 октября 2024 г.

В окончательной редакции 24 октября 2024 г.

Принято к публикации 24 октября 2024 г.

Представлены результаты исследования поверхностей алмазных подложек, обработанных различными методами полировки. Продемонстрировано, что для получения высококачественной поверхности алмаза перспективным является применение метода магнитореологического полирования. В подтверждение данного вывода приведены результаты исследования шероховатостей поверхностей алмаза методами оптической профилометрии, атомно-силовой микроскопии и рентгеновской рефлектометрии.

Ключевые слова: алмаз, полировка, сверхтвердые материалы, подповерхностный слой.

DOI: 10.61011/JTF.2025.02.59731.357-24

Введение

Монокристаллический алмаз обладает уникальной совокупностью физических свойств, поэтому он является одним из наиболее перспективных материалов для применения в микроэлектронике, оптике и других отраслях техники [1].

Несмотря на достаточно глубокую теоретическую проработку основ приборостроения на основе алмаза, практическое освоение нового материала требует наличия источника высококачественного алмазного сырья стабильного качества в больших объемах. До недавнего времени использование алмазного сырья для высокотехнологичной продукции было ограничено добычей природных алмазов и их качеством. Это не позволяло вести интенсивные разработки и начать серийное изготовление изделий микроэлектроники, оптоэлектроники, светотехники и других отраслей промышленности на их основе.

В последнее время большое развитие получили методы синтеза монокристаллических и поликристаллических алмазов. Синтезированные алмазы широко известны как HPHT-алмазы и CVD-алмазы, названные так по методу их производства (термобарический, High Pressure High Temperature и химического осаждения из парогазовой фазы, Chemical Vapor Deposition, соответственно). Современные технологии позволяют синтезировать алмазы с необходимой степенью легирования и структурного совершенства, в объемах, достаточных для начала их практического освоения.

Технологии изготовления микроэлектронных компонентов и элементов оптики предъявляют высокие требования к подготовке поверхности подложек и конечных изделий. Например, при изготовлении элементов рентгеновской оптики требуется достижение атомарной гладкости поверхности (порядка 0.1–0.2 nm). Вместе с этим необходимо контролируемое удаление подповерхностного нарушенного слоя, образующегося при механической обработке и формообразовании поверхности. Качество поверхностного и подповерхностного слоев подложек существенно влияет на работоспособность формируемых в них приборных структур. Дислокации и дефекты, содержащиеся в поверхностных слоях подложек, влияют на структурное совершенство выращиваемых на них гомо- и гетероэпитаксиальных слоев.

Традиционная технология изготовления пластин из полупроводниковых материалов (например, кремния) предусматривает выполнение многостадийной обработки поверхности. После резки слитков на заготовки подложек выполняется механическое шлифование свободным и связанным абразивом. После такой обработки получают заготовки с шероховатостью поверхности около 200 nm и нарушенным поверхностным и подповерхностным слоями [2]. Последующие этапы обработки поверхности призваны удалить нарушенный слой и получить ровную (вплоть до атомарно-гладкой) поверхность. Для прецизионной обработки поверхностей изделий из сверхтвердых материалов чаще всего применяется один из следующих методов [2]:

- химико-механическая полировка,
- термохимическая полировка,
- лазерная обработка,
- ионно-лучевое травление,
- плазмохимическое травление,
- обработка в электрическом разряде.

Перечисленные методы полировки не всегда могут быть применены для прецизионной обработки поверхностей из натуральных и синтезированных алмазов в силу особых свойств этого материала. Химическая инертность алмаза ограничивает эффективность химико-механической полировки, самого распространенного метода финишной полировки полупроводниковых пластин. Кроме того, химическое воздействие на поверхность приводит к диффундированию неконтролируемых примесей в подповерхностный слой полируемого материала, что значительно затрудняет дальнейшее применение полированных пластин в микроэлектронике. Остальные методы сложны в исполнении и довольно дорогостоящи.

Одним из перспективных методов получения высококачественной поверхности алмаза является магнитореологическое полирование (МРП) [3]. Это метод ультрапрецизионной обработки поверхности несвязанным абразивом с формированием адаптивного полировальника из магнитных микрочастиц, управляемых магнитным полем. МРП успешно применяется для получения сверхгладких поверхностей с нанометровым уровнем шероховатости, планаризации подложек и обработки тонких пленок микроэлектроники, его также эффективно используют для удаления дефектных слоев и очистки поверхности [3].

Этот способ основан на изменении реологических свойств магнитореологической полировальной жидкости под воздействием магнитного поля [3,4] и показал высокую эффективность при обработке металлов и синтезированных кристаллических материалов (лейкосапфира, карбида кремния и др.). Вызывает интерес исследование применимости метода МРП для финишной обработки поверхности изделий из синтезированного монокристаллического алмаза. Кроме того, большое значение имеет исследование поверхности и подповерхностного слоя алмазной пластины после обработки.

При изготовлении изделий из монокристаллического алмаза особое значение приобретает контроль качества поверхности и подповерхностного слоя обработанной поверхности. Разработка метода контроля состояния поверхности имеет значение для исследования способов и режимов обработки поверхности сверхтвердых и прозрачных материалов, а также для рутинного контроля качества при серийном изготовлении. Целью настоящей работы является исследование поверхностного и подповерхностного слоев пластин, изготовленных из монокристаллического синтезированного алмаза, после полировки методом МРП.

Таблица 1. Образцы для проведения исследования

Обозначение образца	Начальная полировка производителя	Дополнительная ручная полировка	МРП
894	+	+	+
994	+	-	+
933	+	-	-
977	+	+	-

1. Методика эксперимента

Объектами для исследования служили пластины, изготовленные из монокристаллического синтезированного алмаза. Синтез материала производился методом CVD фирмой Bhojal Corporation (Индия). Исходные пластины имели размеры $7.00 \times 7.00 \times 0.42$ mm и были отполированы изготовителем.

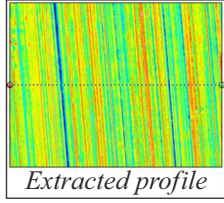
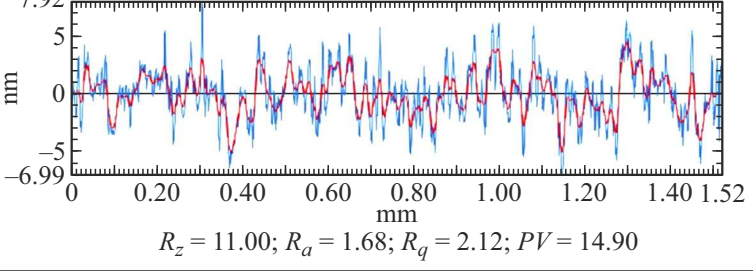
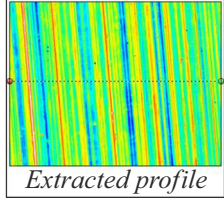
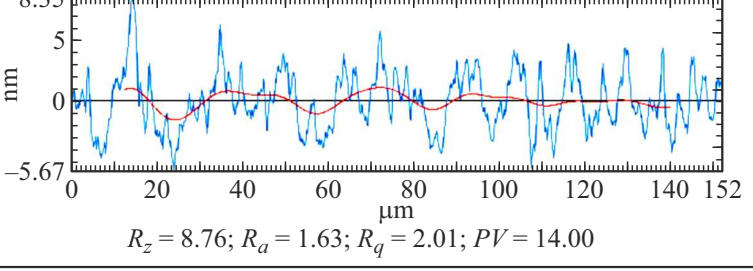
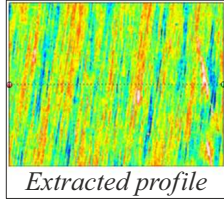
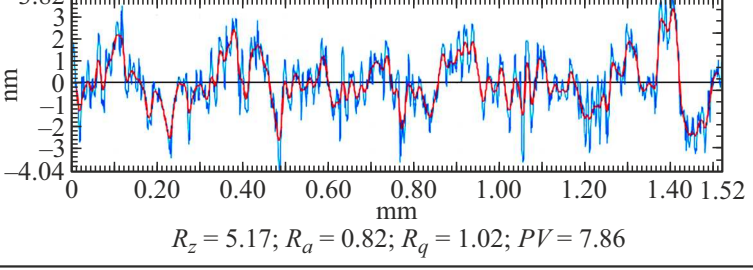
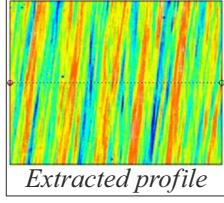
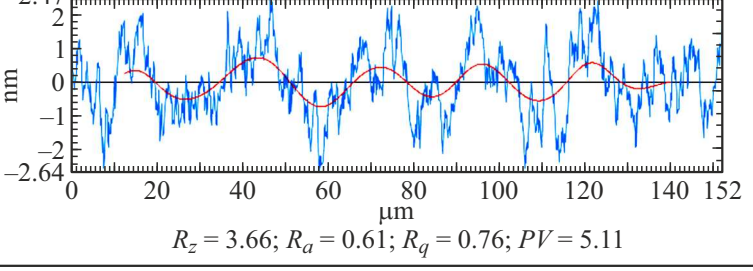
Для проведения работы были подготовлены следующие образцы (табл. 1).

Дополнительная механическая полировка производилась на ограночных станках „Гран-1“. Скорость вращения чугунного ограночного диска — 2700 rpm, диаметр диска — 305 mm. Шаржирование порошком $10 \mu\text{m}$ производилось в области около 50 mm от внешнего края диска (грубая обработка). Область шириной 20–30 mm в сторону центра диска от края области грубой обработки шаржировалась алмазным порошком с размерами зерна $1-0.5 \mu\text{m}$ (финишная обработка).

Обработка поверхности пластин методом МРП производилась на лабораторной установке „Полимаг“, разработанной в ИТМО им. А.В. Лыкова РАН РБ. Магнитореологическая жидкость изготавливалась по оригинальной методике на основе ультрадисперсного алмазного порошка марки УДА-СП (детонационный синтез, размер частиц 40 nm). Скорость перемещения образца относительно области обработки составляла 1 m/s. Для повышения равномерности обработки образец совершал осевое вращение с постоянной частотой 100 rpm. Обработка производилась циклами продолжительностью 1 h. Максимальное суммарное время обработки составляло до 17 h.

Исследования методом оптической интерференционной профилометрии производились с помощью 3D-оптического профилометра „MicroXAM-800“ (KLA Tencor, США) с использованием объективов $\times 5$ и $\times 50$ (области исследования 1.52×1.16 mm и $152 \times 116 \mu\text{m}$ соответственно). В соответствии с ISO 4287 определялись следующие количественные показатели шероховатости: среднеарифметическое отклонение профиля R_a , высота неровностей профиля по десяти точкам R_z , среднеквадратичная шероховатость R_q , максимальная высота профиля PV с фиксацией топографии и срединного профиля поверхности в горизонтальном направлении.

Таблица 1. Результаты оптической профилометрии образцов до МРП

Обозначение образца	Изображение, объектив	Профиль сечения срединной поверхности и параметры шероховатости, nm
994	 Extracted profile ×5	 $R_z = 11.00; R_a = 1.68; R_q = 2.12; PV = 14.90$
	 Extracted profile ×50	 $R_z = 8.76; R_a = 1.63; R_q = 2.01; PV = 14.00$
894	 Extracted profile ×5	 $R_z = 5.17; R_a = 0.82; R_q = 1.02; PV = 7.86$
	 Extracted profile ×50	 $R_z = 3.66; R_a = 0.61; R_q = 0.76; PV = 5.11$

Так же исследования шероховатости поверхности проводились с использованием атомно-силового микроскопа (АСМ) NTEGRA в полуконтактном режиме сканирования и метода рентгеновской рефлектометрии на дифрактометре Bruker D8 Discover.

2. Результаты

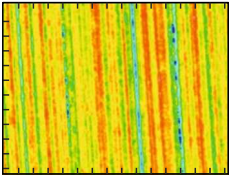
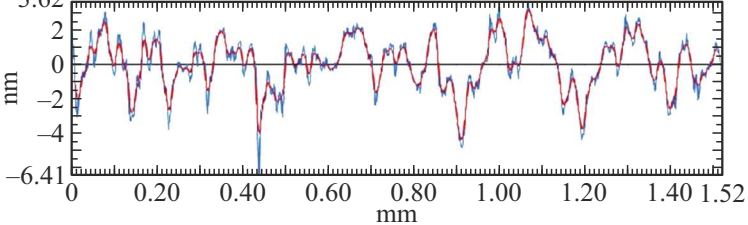
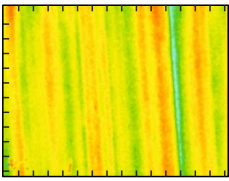
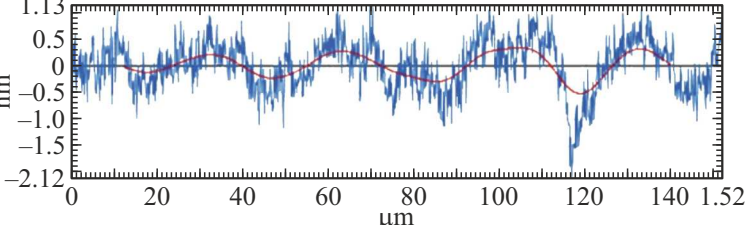
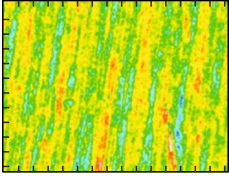
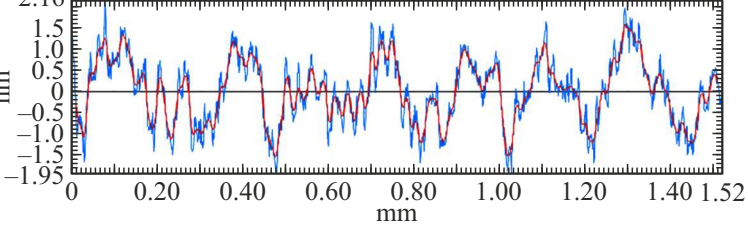
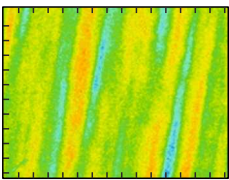
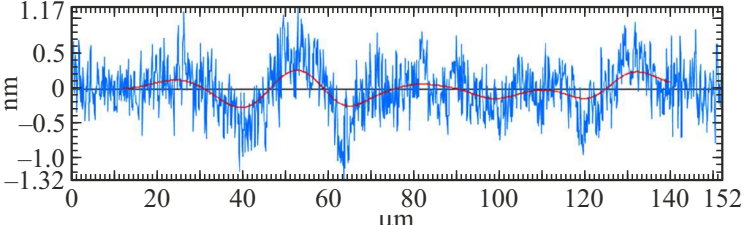
По данным оптической профилометрии поверхность подложек имеет ярко выраженные направленные следы износа, обусловленные анизотропией трибологических свойств алмаза. Поверхность монокристаллического алмаза имеет так называемые твердые и мягкие направ-

ления. Видимые линейные следы износа показывают направление полировки в мягком направлении и возникают вдоль направления движения частиц абразива, внедренных в ограниченный диск, относительно полируемой поверхности. Глубина этих следов составляет до 18 nm для поверхностей, имеющих исходную полировку производителя (образцы 994 и 933), и до 8 nm для поверхностей, прошедших дополнительную механическую полировку (образцы 894 и 977).

Значения показателей шероховатости исходной поверхности подложек изменяются в пределах:

$$R_z = 3.72 - 14.40 \text{ nm}, \quad R_a = 0.63 - 2.31 \text{ nm}, \\ R_q = 0.78 - 2.94 \text{ nm}, \quad PV = 5.39 - 17.60 \text{ nm}.$$

Таблица 2. Результаты оптической профилометрии образцов после 6 h МРП

Обозначение образца	Изображение, объектив	Профиль сечения срединной поверхности и параметры шероховатости, nm
994	 ×5	 $R_z = 5.93; R_a = 0.99; R_q = 1.25; PV = 10.10$
	 ×50	 $R_z = 1.82; R_a = 0.27; R_q = 0.34; PV = 3.41$
894	 ×5	 $R_z = 3.03; R_a = 0.51; R_q = 0.63; PV = 4.80$
	 ×50	 $R_z = 1.60; R_a = 0.24; R_q = 0.30; PV = 2.46$

Минимальные значения относятся к образцу 894 после дополнительной механической полировки, максимальные — к образцу 994 (табл. 2).

В табл. 3 представлены результаты профилометрии поверхности образцов 994 и 894 после 6 h обработки МРП. В сравнении со свойствами поверхности исходных образцов произошло уменьшение шероховатости. Наиболее значимые изменения произошли у поверхности образца 994, имевшего исходную развитую поверхность. В результате полировки методом МРП результирующая шероховатость поверхности оказалась на сходном уровне у образцов 994 и 894. По данным, полученным

на объективе ×50, у образца 994 R_z снизилась в 4.8 раза, R_a — в 6.0 раз, R_q — в 5.9 раз, PV — в 4.1 раза.

Сравнение результатов контроля топографии поверхности и параметров шероховатости в ходе полирования образцов 894 и 994 свидетельствует о постепенном улучшении качества поверхности за счет сглаживания дефектов от предыдущей обработки. Однако после 6 h полирования темп обработки сильно падает и после 12 h значительного изменения параметров не происходит.

На рис. 1 представлены графики изменения показателей шероховатости поверхности подложек из CVD-алмаза в зависимости от суммарного времени МРП.

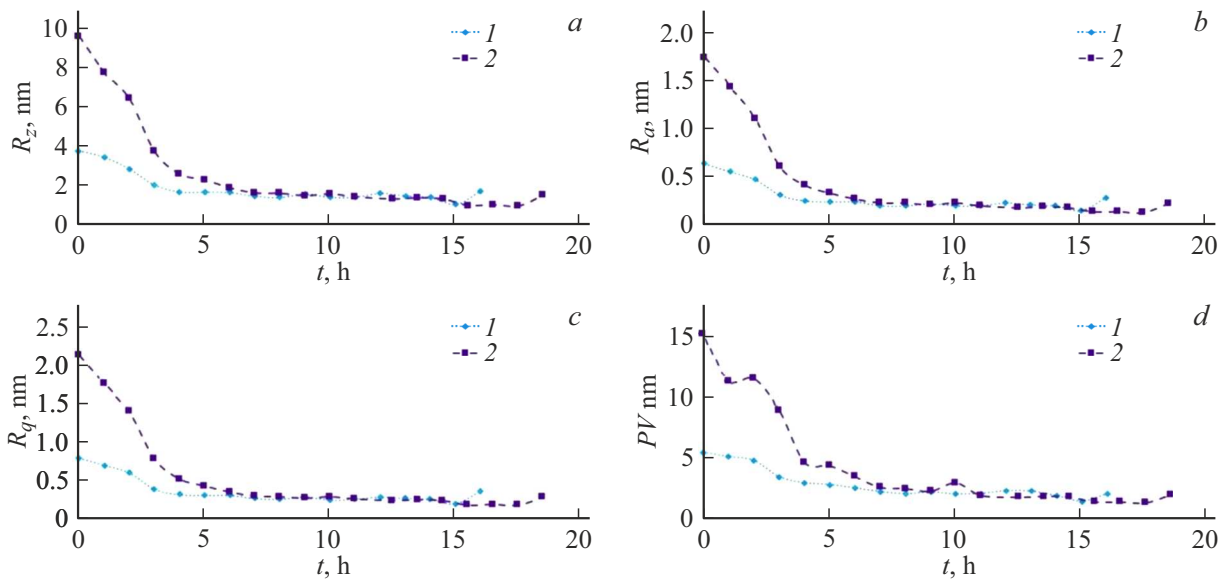


Рис. 1. Изменение показателей шероховатости поверхности подложек в процессе МРП (объектив $\times 50$): *a* — R_z , *b* — R_a , *c* — R_q , *d* — PV . 1 — образец 894; 2 — образец 994.

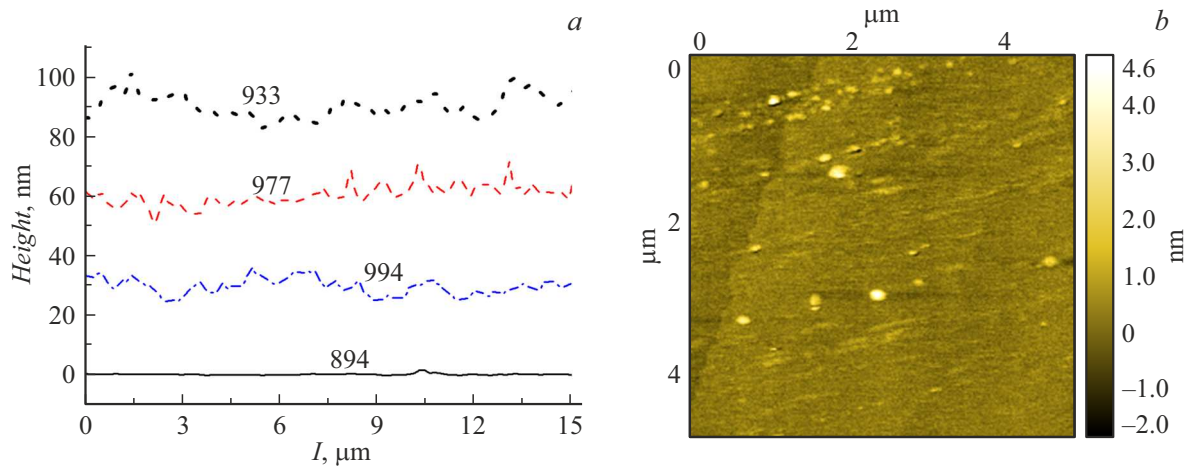


Рис. 2. Результаты исследования поверхности с использованием АСМ: *a* — профили поверхности исследованных образцов; *b* — изображение в АСМ поверхности образца 894.

На количественные показатели, полученные при МРП, оказывает влияние состояние начальной поверхности. Для полированного вручную образца 894 и образца 994 при одинаковых режимах обработки полученные значения шероховатости на участке контроля $1.52 \times 1.16 \text{ mm}$ различаются в 2.2–2.5 раза, на участке $152 \times 116 \text{ μm}$ — в 0.8–0.9 раза, в то время как показатели шероховатости начальных поверхностей подложек на рассматриваемых участках отличались приблизительно в равной степени в 2.2–2.7 раза (бóльшие расхождения относились к участку $152 \times 116 \text{ μm}$). Это означает, что методом МРП удаляются сначала мелкие дефекты. Для устранения макронеровностей требуется бóльшее время обработки.

Результаты исследования шероховатости поверхности образцов методами АСМ и рентгеновской рефлектомет-

рии [5] хорошо согласуются с результатами оптической профилометрии.

Исходный образец (образец 933) был исследован методом АСМ. Величина шероховатости поверхности составила более 20 nm, что делает невозможным исследование глубины нарушенного слоя методом рентгеновской рефлектометрии. Образцы после дополнительной механической полировки были исследованы обоими методами. Величина неоднородностей на поверхности образцов после МРП составляет порядка 1–2 nm. Исследования методом рентгеновской рефлектометрии показали изменение профиля плотности вблизи поверхности образцов после МРП, что с учетом данных АСМ по измерению шероховатости поверхности позволяет определить толщину нарушенного подповерхностного

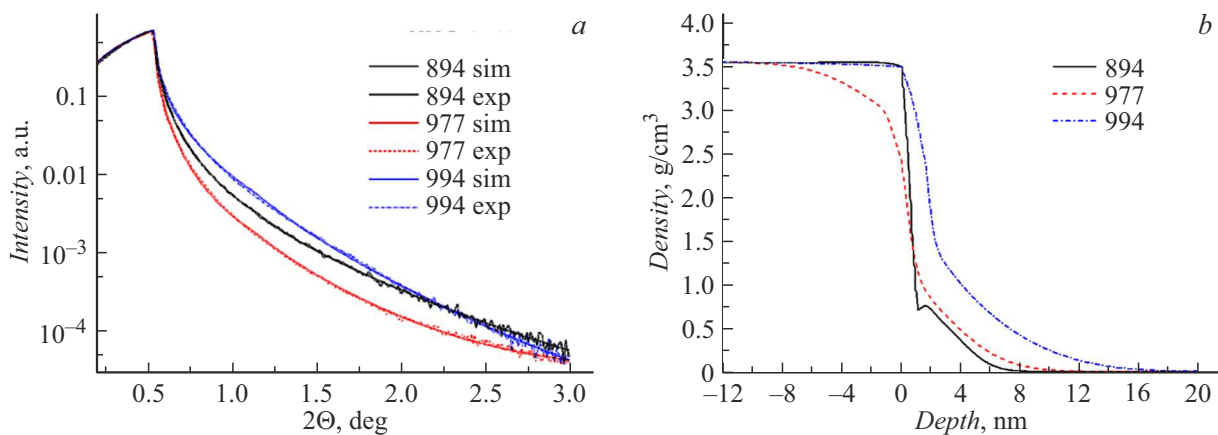


Рис. 3. Результаты исследования образцов алмаза методом рентгеновской рефлектометрии: *a* — зависимости интенсивности отраженного рентгеновского излучения от поверхности кристаллов. Обозначения: sim — моделирование, exp — экспериментальная кривая; *b* — результаты моделирования изменения плотности по глубине образцов.

слоя. Измеренные методом АСМ профили поверхности образцов представлены на рис. 2.

На рис. 3 представлены зависимости интенсивности отраженного рентгеновского излучения от поверхности кристаллов алмаза с различными вариантами обработки поверхности (табл. 1). Так же на данном рисунке представлены результаты моделирования изменения плотности по глубине образца, дающие наилучшее совпадение экспериментальной кривой отражения с расчетной.

Для образца, подвергнутого начальной полировке и дополнительной ручной полировке (образец 977), по рентгеновским измерениям разделить толщину нарушенного слоя и шероховатость поверхности не представляется возможным. Область изменения плотности составляет ~ 15 nm. В образцах после обработки методом МРП (образцы 994, 894) толщина нарушенного слоя составляет ~ 1.5 nm, при этом сам нарушенный слой характеризуется незначительными изменениями плотности. Шероховатость поверхности изменяется от 1.5 nm у образца 894 до 2.5 nm у образца 994, что совпадает с измерениями, проведенными методом АСМ. Это указывает как на изменение толщины нарушенного слоя, так и на значительное снижение шероховатости поверхности в результате обработки поверхности образцов методом МРП.

Выводы

Проведенные исследования позволяют сделать вывод о повышении качества обработки поверхности образцов из монокристаллического алмаза после МРП по сравнению с образцами после механического полирования поверхности.

Полученные методом рентгеновской рефлектометрии результаты свидетельствуют о значительном уменьшении толщины подповерхностного нарушенного слоя после проведения МРП поверхности алмаза.

При МРП в первую очередь происходит удаление крупных неровностей. Корректировка формы поверхности изделий из алмаза методом МРП возможна, но требует длительной обработки.

Примененный комплекс исследований (АСМ, оптическая профилометрия, рентгеновская рефлектометрия) позволяет контролировать качество обработки поверхности изделий из монокристаллического алмаза.

Финансирование работы

Д. Иржак и М. Князев выполняли исследования в рамках государственного задания № 075-00296-24-00.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Р.А. Хмельницкий, Н.Х. Талипов, Г.В. Чучева. *Синтетический алмаз для электроники и оптики* (ИКАР, М., 2017)
- [2] Т.Б. Теплова. *Прецизионная обработка поверхностного слоя твердых и сверхтвердых хрупких материалов в режиме квазипластичности*. (Техносфера, М., 2023), с. 218.
- [3] А.Л. Худолей, В.Л. Колпащиков, Г.Р. Городкин. *Тез. докл. II Российско-Белорусской научно-технической конференции им. О.В. Лосева „Элементная база отечественной радиоэлектроники: импортозамещение и применение“* (Нижегород, Россия, 2015), т. 1, с. 283–286.
- [4] В.И. Кордонский, С.Р. Городкин. Оптическое материаловедение и технология, **79** (9), 81 (2012).
- [5] V. Holý, U. Pietsch, T. Baumbach. *High-Resolution X-Ray Scattering from Thin Films and Multilayers* (Springer Berlin, Heidelberg, 1999), DOI: 10.1007/BFb0109385