

/

—

—

/ / / /

УДК 621.3.084.866

Г.В. ШАРОНОВ, С.А. ПЕТРОВ

**ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕФЕКТНОСТИ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ
ПОДЛОЖЕК СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА ДЛЯ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

It is determined, that the faultiness of substrate surface coating is characterized by asymmetry of reflection curve in the low-angles range of X-ray diffraction.

Большой интерес к кристаллам природного и синтетического алмаза вызван уникальным сочетанием их свойств, таких как высокие параметры теплопроводности, удельного сопротивления, твердости, износостойкости и радиационной стойкости, химическая инертность, а также исключительные

оптические и электрические характеристики. Названные свойства алмаза делают его весьма перспективным материалом для изготовления мощных полупроводниковых приборов и элементов сенсорики, предназначенных для работы в условиях высоких температур (600 °С) и уровней радиации, химически агрессивных сред [1, 2].

В последние годы наметилась тенденция использования алмазов в эпитаксиальных технологиях в качестве подложек. Можно ожидать, что получение высококачественных структурно-совершенных гомо- и гетероэпитаксиальных композиций на монокристаллической алмазной подложке будет способствовать прогрессу в разработке нового поколения полупроводниковых приборов. Данные структуры имеют существенные преимущества перед широко используемыми в электронике структурами «кремний – на – сапфире» и «кремний – на – изоляторе» по таким параметрам, как удельная рассеиваемая мощность и радиационная стойкость приборов [3]. Однако до настоящего времени не создана промышленная технология и имеются лишь отдельные сообщения об изготовлении лабораторных образцов приборных структур на алмазе [4–7]. Одной из причин этого является подготовка поверхности алмазной подложки до уровня, удовлетворяющего требованиям технологии эпитаксиального роста. В [3] эксперименты по росту пленок Si проводились на монокристаллических алмазных подложках (111)-ориентации, шероховатость поверхности R_a которых после обработки составляла около 0,5 нм.

Цель настоящей статьи – разработка технологии получения высококачественной структурно-совершенной поверхности монокристаллической алмазной подложки для выращивания монокристаллических гомоэпитаксиальных пленок алмаза, а также методики контроля ее структурного совершенства после шлифования и полирования.

Материал и методика

В качестве материала для подложек (001)-ориентации использовался монокристаллический синтетический алмаз (СТМ «Алмазот») производства РУП «Адамас БГУ». Подложки представляли собой плоскопараллельные пластинки площадью 25 мм² и толщиной 1,0 мм, шлифовка и полировка которых проводилась на разработанной нами технологической оснастке. Обработывающим инструментом являлся чугунный диск, шаржированный алмазным порошком с зернистостью 20/14, 10/7, 5/3 и 2/1 мкм. Диаметр диска равен 140 мм, а скорость вращения – 2800 об/мин. Последовательным шлифованием противоположных сторон формировалась подложка. Для финишной чистовой полировки применялась специально разработанная электромагнитная виброполировальная установка. Средняя частота виброколебаний составляет 20 Гц, а их амплитуда в горизонтальной и вертикальной плоскостях – 0,5 мм. Полирующей смесью служила водная эмульсия нанодисперсного алмазного порошка с зернистостью не более 900 нм. Подложки промывали моющим раствором в ультразвуковой ванне.

Поверхность подложек исследовали методами дифракции быстрых электронов в режиме «на отражение» и дифракции рентгеновских лучей путем анализа профиля кривой дифракционного отражения. Метод дифракции быстрых электронов в данном режиме позволяет оперативно и без разрушения кристалла оценивать состояние структуры его приповерхностного слоя и поэтому весьма удобен при исследовании алмазных слоев после обработки (шлифования и полирования). Дифракционная картина, полученная от монокристаллов алмаза в надлежащих условиях, отличается разнообразием элементов (точечные рефлексы, Кикучи-линии и их огибающие, Кикучи-полосы). Интерференционные эффекты, способствующие появлению Кикучи-картины, указывают на совершенство кристаллической решетки [8]. Изменение дифракционной картины в результате обработки кристаллов алмаза позволяет получить сведения о процессах деформации приповерхностных слоев. Исследования на «отражение» были выполнены на электронографе ЭМР-102 при ускоряющем напряжении 75 кВ. Глубина проникновения электронного пучка в кристалл составляет ~ 7 нм; вакуум в колонне электронографа – $\sim 7 \cdot 10^{-3}$ Па. Определение полуширины кривой отражения рентгеновских лучей проводилось на рентгеновской установке УРС-60 с использованием гониометра ГУР-5 и CuK_α -излучения. Монохроматором служила пластина совершенного кристалла кремния с косым срезом относительно ее отражающей плоскости (111). Интенсивность рентгеновского излучения регистрировалась счетчиком, который был установлен в неподвижном положении на рассчитанный для {400}-рефлекса алмаза угол $2\theta_B$, где θ_B – угол Брэгга. В это же время сам образец поворачивался в области углов отражения θ для данного рефлекса. Кривую отражения измеряли по точкам со временем выдержки в каждой из них до 10 с. Гониометр ГУР-5 позволял определять углы дифракции с точностью $\pm 0,005^\circ$. Шероховатость поверхности монокристаллических алмазных подложек измерялась на мик-

роинтерферометре белого света Nev View 5000 «Zygo» с разрешением в вертикальной плоскости 0,1 нм с полем сканирования 898×674 мкм.

Результаты и их обсуждение

При получении на монокристаллической алмазной подложке гомо- или гетероэпитаксиальных пленок приборного назначения важно достичь высокой степени кристаллического совершенства ее приповерхностного слоя [1]. Для всех исследованных образцов после традиционной шлифовки поверхности с $Ra \geq 10$ нм не удалось получить картины дифракции электронов от поверхности. Дополнительная финишная полировка на виброполировальной установке приводила к образованию электронной дифракции от поверхности подложек. При этом измеренная шероховатость подложек составляла ≤ 1 нм. На электронограммах (рис. 1) для всех подложек, прошедших финишную полировку, наблюдались матричные рефлексы алмаза и Кикучи-линии, свидетельствующие о высокой степени совершенства кристаллической структуры приповерхностного слоя подложек. Уместно отметить, что при съемке дифракционных картин использовался гониометр. В связи с этим факт наблюдения Кикучи-линий при получении от одного и того же объема алмазной подложки нескольких электронограмм с разными осями зон – [001] и [011] (рис. 2) является достоверным доказательством совершенства структуры ее поверхности по всей глубине до ~ 7 нм зондирования электронного пучка. Вытянутая форма рефлексов свидетельствует о двумерной дифракции и характерна для образца с атомарно-гладкими участками поверхности [3].

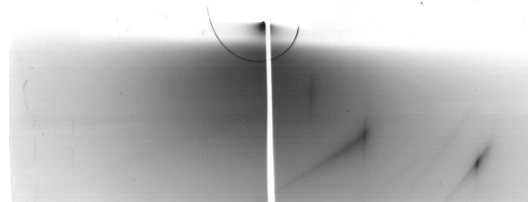


Рис. 1. Электронно-дифракционная картина «на отражение» от приповерхностных слоев алмазной подложки после операции финишной полировки

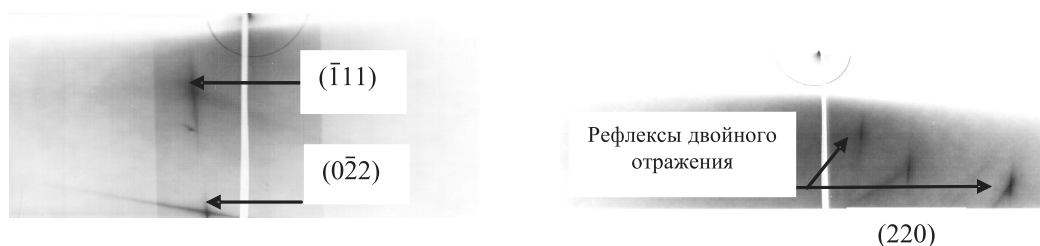


Рис. 2. Электронограммы «на отражение» от поверхности алмазной подложки:
 a – ось зоны [011] и b – ось зоны [001]

На рис. 3 приведены кривые отражений рентгеновских лучей для алмазных монокристаллических подложек (001)-ориентации после односторонней финишной полировки. С целью характеристики состояния внутреннего кристаллического совершенства на полуширине каждой из трех кривых отражений измеряются расстояния от начала отсчета до «отрицательной» ветви кривой отражения и аналогично – для «положительной». Затем расстояния сравниваются. Для идеального кристалла эти расстояния должны быть эквивалентными. Но на практике они отличаются, и эта величина отличия (асимметрии) выражается нами в процентах. Совершенство кристаллической структуры поверхностного слоя алмазных подложек определялось аналогично, но только для углов отклонения от угла Брэгга на $\pm 0,02 \div 0,1^\circ$. Для этих выбранных угловых отклонений наиболее ярко выражается изменение симметрии профиля кривой отражения рентгеновских лучей.

Асимметрия профиля кривой отражения на ее полуширине для подложек 1, 2 и 3, прошедших одностороннюю финишную полировку, составляет 14,5, 14,3 и 14,9 % соответственно. Следовательно, данные подложки имеют практически одинаковую степень внутреннего кристаллического совершенства.

Детальный анализ рентгенодифракционных результатов показал, что рассматриваемые процессы шлифовки и полировки вносят существенный вклад

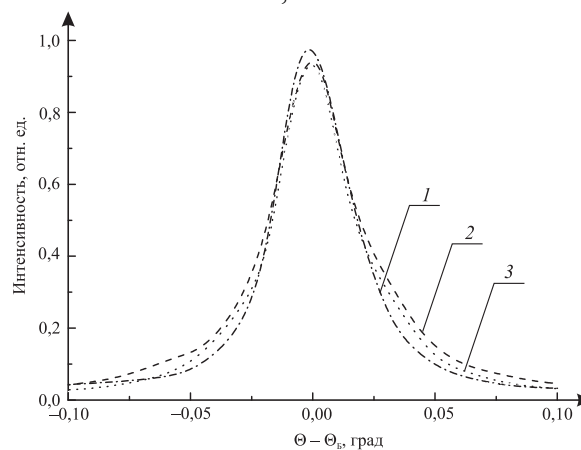


Рис. 3. Кривые отражения рентгеновских лучей от монокристаллических алмазных подложек после односторонней финишной полировки с различной шероховатостью Ra (нм): 1 – 1,552, 2 – 1,241, 3 – 0,438

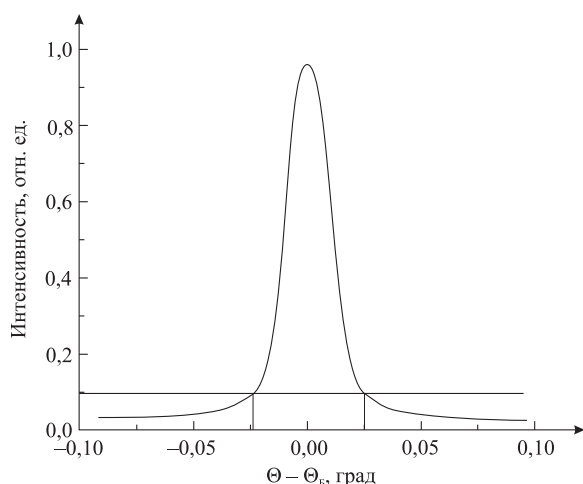


Рис. 4. Кривая отражения рентгеновских лучей от поверхности монокристаллической алмазной подложки после двухсторонней финишной полировки

Таким образом, разработанная нами технология обработки монокристаллов синтетического алмаза позволяет получать структурно-совершенную поверхность с шероховатостью до 0,4 нм. Показана возможность создания промышленной технологии изготовления монокристаллических алмазных подложек для изделий электронной техники. Разработана методика контроля структурного совершенства поверхности подложек из монокристаллического синтетического алмаза. Установлено, что совершенство кристаллической структуры приповерхностного слоя алмазных подложек можно оценить по степени изменения симметрии на «хвосте» кривой отражения рентгеновских лучей. Обнаружено, что двухсторонняя виброполировка образцов по сравнению с односторонней приводит к резкому уменьшению величины асимметрии в 2,5÷3,6 раза. Предлагаемый способ определения качества поверхности после обработки может быть рекомендован для отбора годных подложек в технологии гомоэпитаксиального роста монокристаллических алмазных пленок.

Работа выполнена частично за счет средств БРФФИ в рамках белорусско-российского проекта ФР10-128.

1. Ральченко В. Г., Конов В. А. // Электроника: НТБ. 2007. № 4. С. 58.
2. Квасков В. Б. // Природные алмазы России. М., 1997.
3. Карасев Ю. В., Крюков В. Д. и др. // Микроэлектроника. 2005. Т. 34. № 1. С. 63.
4. Ральченко В. Г., Савельев А. В. и др. // Квант. электроника. 2006. Т. 36. № 6. С. 1.
5. Taniuchi H., Uanichi H. et al. // IEEE Electron Device Letters. 2001. Vol. 22. № 8. С. 390.
6. Umezawa H. et al. // Ibid. 2002. Vol. 23. № 3. С. 121.
7. Hayashi K. et al. // Appl. Phys. Letters. 1996. Vol. 68. P. 376.
8. Эндрюс К., Дайсон Д., Киоун С. // Электронограммы и их интерпретация. М., 1971. С. 105.

Поступила в редакцию 10.02.11.

Геннадий Викторович Шаронов – кандидат физико-математических наук, доцент, заведующий лабораторией обработки и передачи информации НИИПФП им. А.Н. Севченко БГУ.

Сергей Александрович Петров – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории обработки и передачи информации НИИПФП им. А.Н. Севченко БГУ.

в трансформацию профиля кривой отражения для угловых отклонений в диапазоне $\pm 0,02 \div 0,1^\circ$. Это проявляется в заметной асимметрии «хвоста» кривой отражения. Величина асимметрии, полученная, например, при $\theta - \theta_B = \pm 0,05^\circ$, для подложек 1, 2 и 3 составляет 10,8, 8,6 и 7,6 % соответственно (см. рис. 3). Для подложек, прошедших двухстороннюю финишную полировку, эта величина, рассчитанная, например, для $\theta - \theta_B = \pm 0,025^\circ$, понижалась до $\sim 3\%$ (рис. 4). Приведенная характеристика дефектности приповерхностного слоя алмазных подложек подтверждается и электронографическими исследованиями на «отражение», а именно регистрацией изображений дифракционных картин в силу достижения зеркально-гладкой поверхности монокристаллических алмазных подложек с шероховатостью ниже 1 нм.