

Финишная полировка пластины алмаза в разработанном механическом держателе с контролем качества полировки сканирующими зондовыми микроскопами

А. Ф. Колесанов, А. И. Лаптев, Б. А. Логинов, В. Б. Логинов, А. А. Панкратов, Н. И. Полушин

Разработан механический держатель для полировки тонких алмазных пластин, проведено определение наименьшей шероховатости поверхности алмазных пластин при ручной механической финишной полировке с имитацией режима квазипластичности, подтверждена возможность использования микроскопа СММ-2000 в экспресс-анализе при отработке процесса полирования.

Ключевые слова:

синтетический алмаз, финишная полировка, режим квазипластичности, сканирующий зондовый микроскоп

УДК 621.9 | ВАК 2.5.5

DOI: 10.22184/2499-9407.2024.36.3.34.39

Введение

Фундаментальной базой развития всех современных систем радиоэлектронной аппаратуры в настоящее время являются интегральная и функциональная микроэлектроника. Возможности приборов и выходные параметры аппаратуры определяются свойствами используемых материалов. Одними из самых перспективных являются широкозонные материалы, такие как карбид кремния и алмаз. Свойства алмаза делают перспективным его применение при изготовлении изделий высокотехнологичных отраслей промышленности.

Алмаз обладает большими значениями пробивного и рабочего напряжения, высокой радиационной стойкостью, химической инертностью, наивысшей теплопроводностью среди всех известных материалов, высокой подвижностью

как электронов, так и дырок. Имеются наработки по применению алмаза как эпитаксиальной подложки для выращивания функциональных полупроводниковых слоев из SiC, GaN, GaP и др. Полупроводниковые приборы на основе алмаза способны работать в условиях пятикратного превышения рабочих температур, по сравнению с кремневыми, без ухудшения производительности. Они обладают большей величиной пробивного напряжения и более высокой теплопроводностью. Монокристаллические алмазные пластины могут применяться для создания высокоэффективных рентгеновских монохроматоров и высокотемпературной электроники.

Для таких целей ужесточаются требования как к качеству объема алмазных пластин (собственные и примесные дефекты не более 10^{17} см⁻³), так и качеству их поверхности

(нанометровая шероховатость, плоскостность и минимальная дефектность поверхностного и подповерхностного слоев).

Шероховатость поверхности и глубина нарушения подповерхностного слоя являются основными характеристиками качества обработки алмазных пластин и зависят от способа обработки поверхности пластины.

Из различных способов полировки твердых хрупких материалов (абразивная механическая, химико-механическая, плазменно-химическая, лазерная, абразивная механическая в режиме квазипластичности) данная работа ориентирована на абразивную механическую полировку в режиме квазипластичности, как полировку с наименее нарушенными поверхностным и подповерхностным слоями.

В работе [2] сделан вывод о том, что для получения плоских поверхностей высокого качества на пластинах из синтетических алмазов возможно применять элементы квазипластичной обработки.

Методика работы

Для высококачественной доводочной нанометровой полировки алмазных пластин толщиной 0,3–1,0 мм и размерами 10×10 и 5×5 мм необходимо высокоточное приспособление для механического крепления пластин. Приспособление разрабатывалось, дорабатывалось и апробировалось в процессе работы.

Полировке подвергалась пластина синтетического CVD алмаза размером 5×5×1 мм, предоставленная НИТУ МИСИС.

Полировка проводилась в Лаборатории синтеза углеродоподобных материалов ЦАТиГ ГАПОУ КП 11 на стандартном станке для огранки алмазов фирмы COBORN с чугунным диском диаметром 330 мм, шаржированным алмазным порошком 10/7 мкм.

Элементы квазипластичной обработки имитировались вручную по разработанной оригинальной (know how) методике воспроизводства элементов квазипластичности в ручном режиме шлифования алмазной пластины при установке ее в оригинальном держателе.

Для определения возможности использования атомно-силового микроскопа СММ-2000 в качестве прибора экспресс-анализа при отработке процесса полирования после полировки на алмазной пластине проводилась оценка шероховатости поверхности в Научно-исследовательской лаборатории атомной модификации и анализа поверхности полупроводников (НИЛ АМАПП) НИУ МИЭТ на сканирующем зондовом микроскопе СММ-2000, изготовления АО «ПРОТОН». Измерения проводились в наихудших условиях эксплуатации микроскопа – приближенных к производственным, а именно:

- при отсутствии безпылевого помещения (офисное помещение);
- при отсутствии виброгасящей плиты (сканирующий блок с кантилевером установлен на письменный стол);

- при отсутствии вакуума (воздушная среда в офисном помещении);
- при отсутствии специальной подготовки исследуемой пластины непосредственно перед испытаниями.

После дополнительной полировки основных поверхностей пластины (каждая в течение 1 ч) пластина возвращалась в НИТУ МИСИС для измерения шероховатости поверхности на сканирующем зондовом микроскопе MFP 3D Stand Alone (Asylum Research) с использованием кремниевого кантилевера при резонансной частоте 120 кГц с использованием программы Gwyddion (версия 2.51).

Ход работ и результаты

В ГАПОУ КП11 было разработано, а в НИТУ МИСИС изготовлено приспособление для механического крепления пластин при полировке. Внешний вид зажима пластин – одной из основных частей приспособления для полировки пластин – представлен на рис. 1.

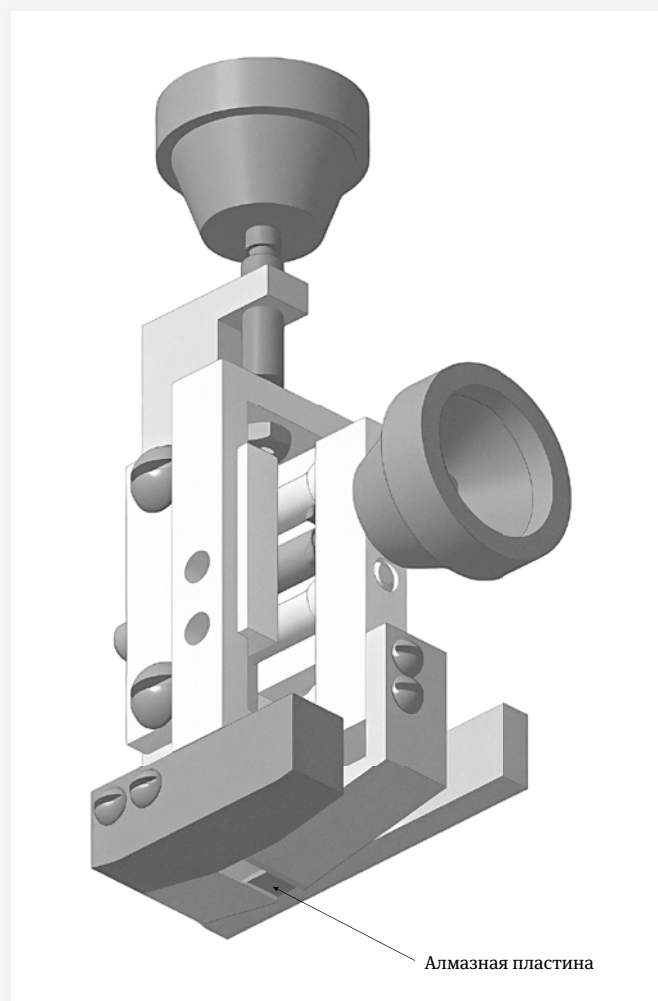


Рис. 1. Внешний вид зажима приспособления для механического крепления пластин алмаза при полировке



Рис. 2. Ручная полировка пластины с применением оригинального держателя

Алмазная пластина размером $5 \times 5 \times 1$ мм устанавливалась в оригинальный держатель и полировалась по всем четырем торцевым ортогональным поверхностям. Затем в держателе заменялись наконечники и пластина переустанавливалась в держателе таким образом, чтобы можно было полировать основные плоскости (5×5 мм) образца. Основные плоскости полировались в обычном ручном режиме полировки в течение 2 ч. Затем полировались в ручном режиме полировки с имитацией квазипластичного режима в течение 4 ч – одна сторона и в течение 6 ч – другая (рис. 2). Большое время полировки выбрано из-за необходимости обломкам шаржированных зерен алмазов принять округлую форму и уменьшиться в размерах. По окончании полировки образец был промыт в изопропиловом спирте и упакован в полиэтиленовый пакет для хранения образцов.

Апробация приспособления показала его работоспособность при финишной полировке торцевых и основных поверхностей алмазных пластин.

Некоторым неудобством при полировке с данным приспособлением является то, что для более точной финишной полировки основных поверхностей алмазной пластины (особенно для тонких пластин толщиной менее 0,5 мм) требуется предварительная точная

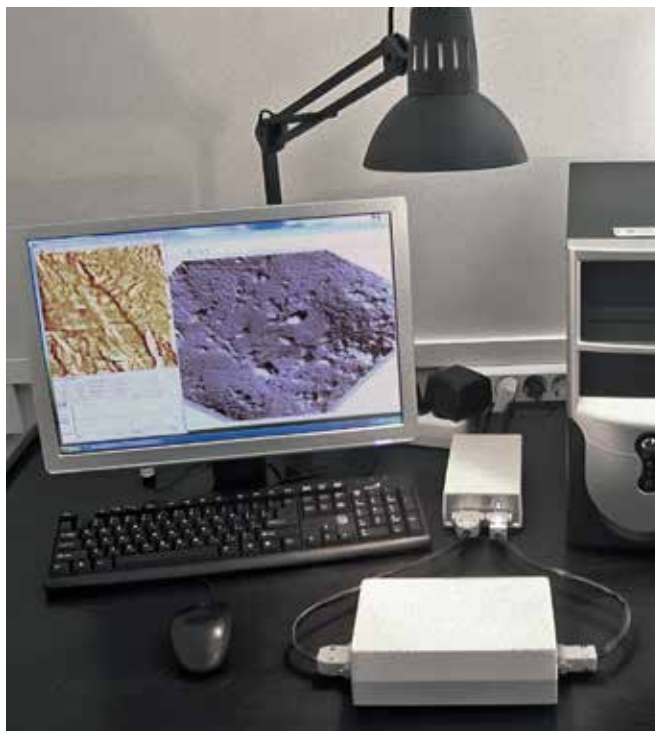


Рис. 3. Внешний вид сканирующего зондового микроскопа СММ-2000 в процессе измерений

ортогональная обработка ее торцевых поверхностей и набор высокоточных наконечников к держателю.

Для ускорения доводочной полировки возможно применение предварительной полировки с применением более грубых алмазных порошков, а для ускорения финишной – применение полировки с применением менее грубых алмазных порошков.

Через 24 ч пластина была доставлена в НИЛ АМАПП НИУ МИЭТ, где были проведены измерения шероховатости поверхности на сканирующем зондовом микроскопе СММ-2000 (рис. 3).

Результаты измерений на микроскопе СММ-2000 приведены на рис. 4.

Светлая точка сверху справа на кадре – это микропылинка, появление изображения которой на кадре оказалось полезным для того, чтобы не сомневаться, что регулярные полосы на кадре – это реальный рельеф бороздок шлифования образца.

Согласно результатам измерения шероховатости поверхности алмазной пластины микроскоп СММ-2000 показал работоспособность в нанометровом диапазоне в самых экстремальных условиях проведения измерений.

Система юстировки лазерного луча в микроскопе СММ-2000 не содержит ни одного зеркального элемента,

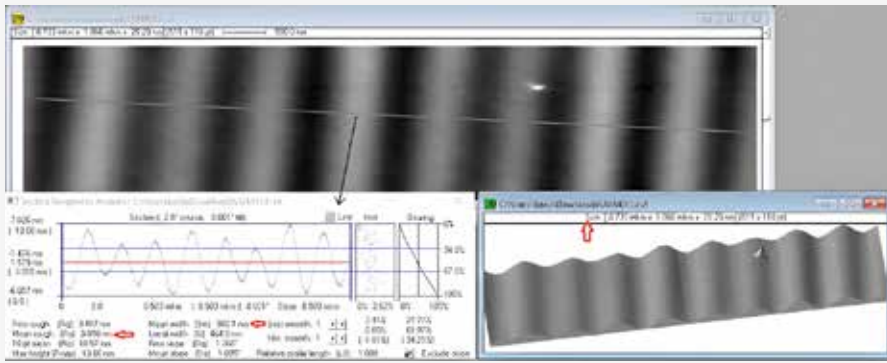


Рис. 4. Результаты измерения шероховатости поверхности алмазной пластины на сканирующем зондовом микроскопе SMM-2000: кадр и профиль высот вдоль проведенной оператором линии на кадре, по которому автоматически вычислена средняя шероховатость $R_a = 3,0$ нм, среднеквадратичная шероховатость $R_q = 3,4$ нм и средний поперечный размер неровностей $S_m = 982$ нм

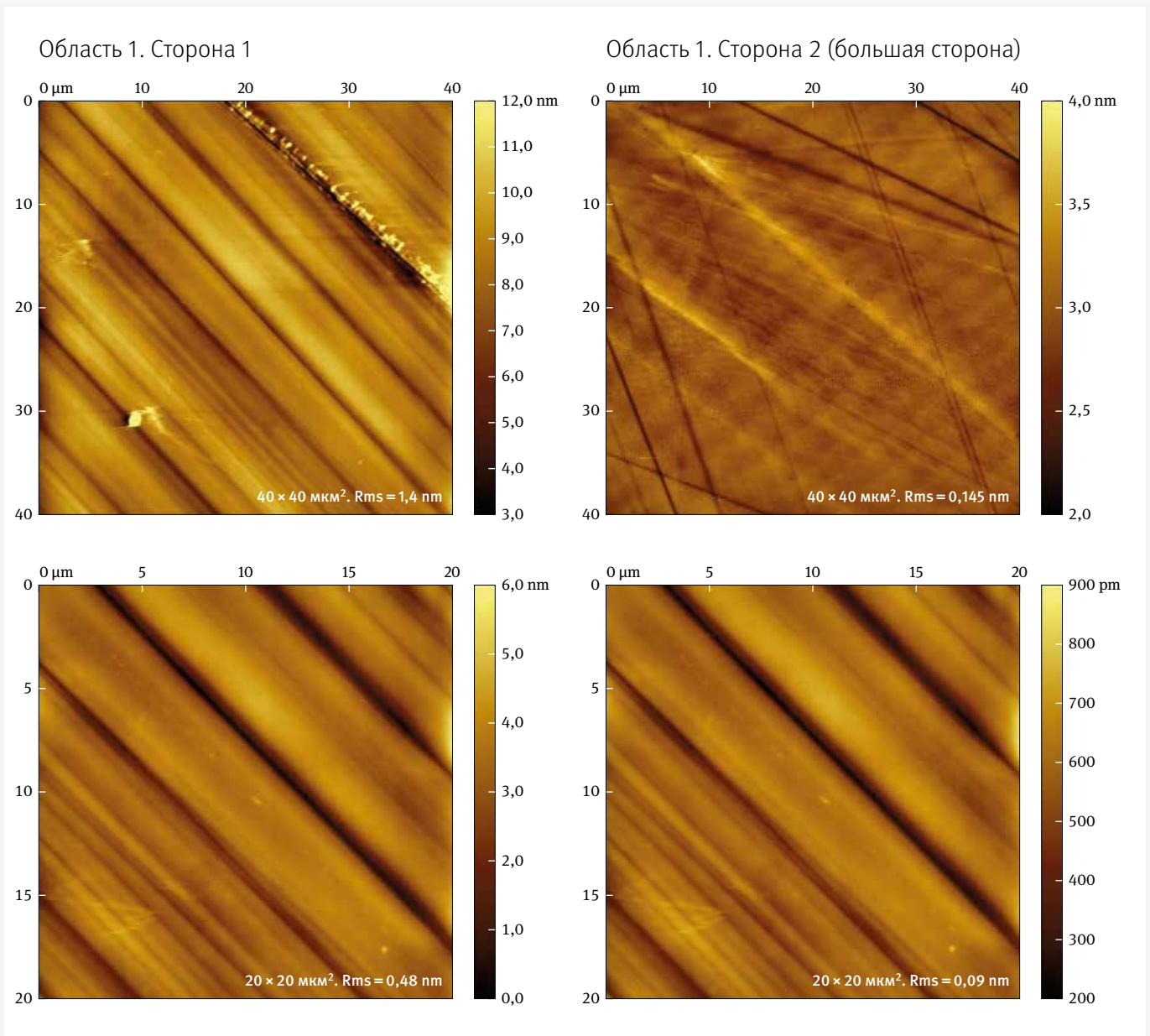


Рис. 5. Результаты измерения шероховатости поверхности алмазной пластины на сканирующем зондовом микроскопе MFP 3D Stand Alone

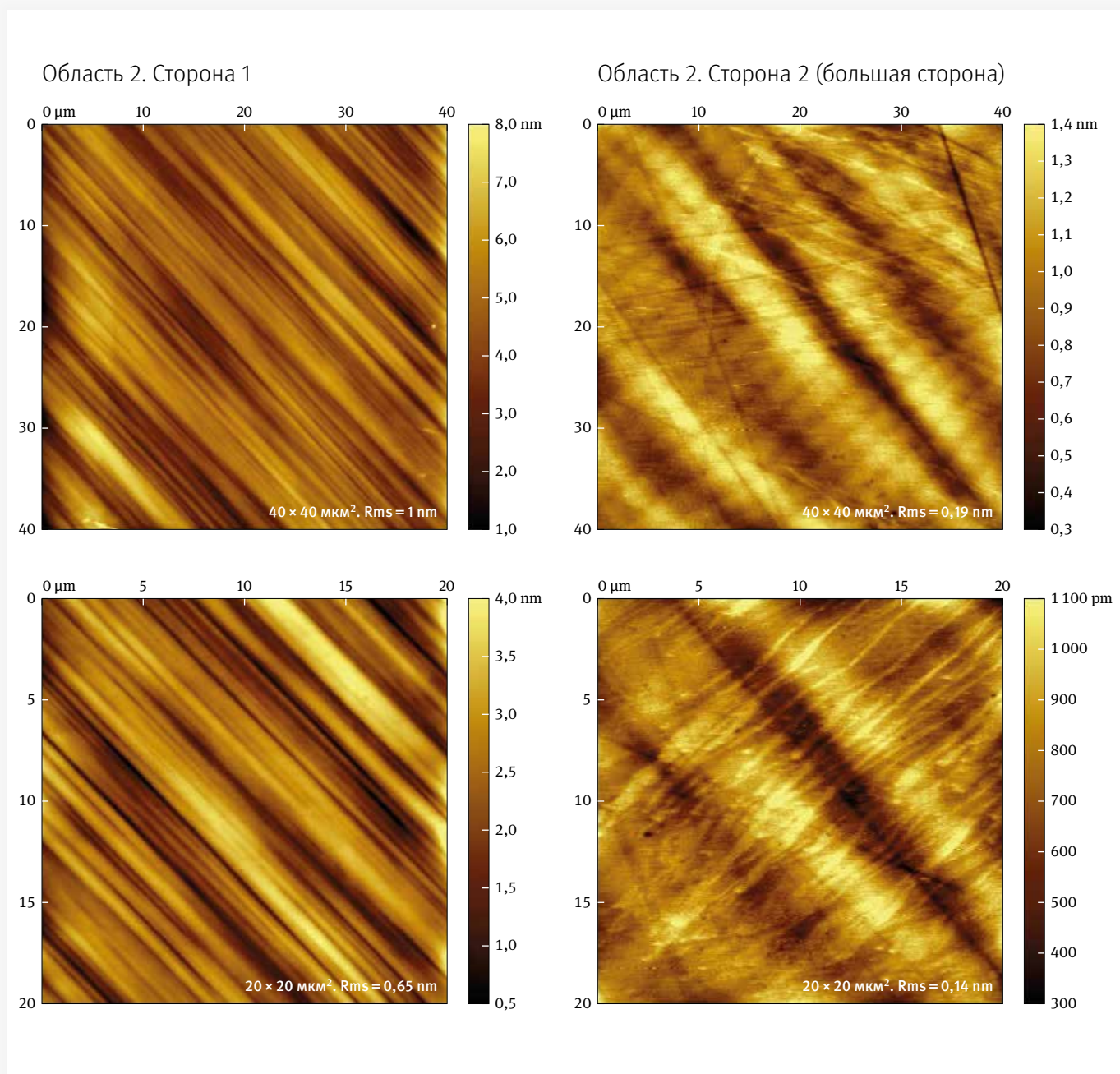


Рис. 6. Результаты измерения шероховатости поверхности алмазной пластины на сканирующем зондовом микроскопе MFP 3D Stand Alone

в связи с чем он может работать в условиях запыленности. Есть также опыт использования в микроскопе СММ-2000 алмазных зондов [3], являющихся единственным расходным элементом, в связи с чем для производств алмазов электронного качества принципиально возможно достижение экономии и самодостаточности при использовании этого микроскопа.

Несомненное достоинство микроскопа СММ-2000 для оценки шероховатости еще и в том, что он прошел

государственные испытания при внесении в Государственный реестр средств измерений России, а набор параметров шероховатости и формулы их вычисления в программном обеспечении микроскопа в точности соответствуют российскому ГОСТ-25142 и международному стандарту ISO-4287. Это дает возможность сравнения образцов по их шероховатости с образцами, изготавливаемыми в других организациях, или с образцами, измеренными другими стандартными средствами измерения.

Высокие резонансные частоты конструкции микроскопа СММ-2000 [4, 5] позволяют проводить измерения в условиях шума и вибраций. При измерениях достигается разрешение элементов рельефа до 3 нм в плоскости образца и до 0,2 нм по высотам элементов рельефа, а по вычислению параметров средней и среднеквадратичной шероховатости достигается точность до 0,05 нм.

Тем самым подтверждена возможность использования микроскопа СММ-2000 для экспресс-анализа шероховатости поверхности алмазной пластины при установке микроскопа в производственных помещениях в непосредственной близости от места полировки.

Затем пластина, прошла более прецизионную стадию полировки и была возвращена в НИТУ МИСИС для проведения аналогичных измерений на сканирующем зондовом микроскопе MFP 3D Stand Alone (Asylum Research).

Результаты измерений на микроскопе MFP 3D Stand Alone приведены на рис. 5 и 6.

Как показано в правом столбце таблицы, рис. 5 и 6, при проведенной полировке достигнутая среднеквадратичная высота неровностей составила величину 0,145–0,190 нм на площади полированной поверхности 1600 мкм².

Размер ребра ячейки кристалла алмаза составляет 0,357 нм [6], минимальное расстояние между атомами решетки алмаза – 0,154 нм, расстояние в кристаллической решетке алмаза между плоскостями с различной ретикулярной плотностью – еще меньше. Таким образом, достигнутое качество полировки алмаза позволяет осуществлять снятие нескольких слоев атомов кристаллической решетки.

Поперечные темные полосы на изображениях правого столбца (рис. 5 и 6) возможно соответствуют отображению подповерхностных слоев атомов алмаза.

Выводы и рекомендации

1. Использование разработанного приспособления для полировки тонких алмазных пластин и применение технологии высокоточной ручной полировки с имитацией режима квазипластичности позволило достичь шероховатости поверхности Rms порядка 200 пм (200×10^{-12} м) на площади 1600 мкм².
2. Таким образом, перспективна доработка приспособления и технологии квазипластичной полировки поверхности алмаза до съема одноатомного слоя по всей поверхности пластины.
3. Перспективна разработка механизированного, и в дальнейшем автоматизированного станка, позволяющего воспроизвести элементы квазипластичной обработки.
4. Для ускорения полировки возможно применение линии из трех последовательно применяемых станков:

- для предварительной полировки с применением более грубых алмазных порошков;
 - для доводочной полировки с применением алмазных порошков 10/7 мкм;
 - для финишной полировки с применением менее грубых алмазных порошков, например: 0,3/0–0,1/0 мкм.
5. Подтверждена возможность использования микроскопа СММ-2000 для экспресс-анализа шероховатости поверхности алмазной пластины при установке микроскопа в производственных помещениях в непосредственной близости от места полировки.

Литература

1. Колесанов А. Ф., Панкратов А. А. Отчет по полировке алмазных пластин с имитацией квазипластичного режима. Внутренний отчет Центра алмазных технологий и геммологии ГАПОУ КП 11 от 07 сентября 2020 г. С. 4.
2. Теплова Т. Б. Прецизионная обработка поверхностного слоя твердых и сверхтвердых хрупких материалов в режиме квазипластичности. М.: ТЕХНОСФЕРА, 2023. 286 с.
3. Копылов П. Г., Логинов Б. А., Исмагилов Р. Р., Образцов А. Н. Алмазные монокристаллические зонды для атомно-силовой микроскопии // Приборы и техника эксперимента. 2010. № 4. С. 156–162.
4. Логинов Б. А., Логинов П. Б., Логинов В. Б., Логинов А. Б. Зондовая микроскопия: применения и рекомендации по разработке // НАНОИНДУСТРИЯ. 2019. Т. 12, № 6(92). С. 352–365.
5. Loginov A. B., Fedotov P. V., Bokova-Sirosh S. N., Sapkov I. V., Chmelenin D. N., Ismagilov R. R., Obratsova E. D., Loginov V. A., Obratsov A. N. «Synthesis, Structural, and Photoluminescence Properties of MoS₂ Nanowall Films», Physica Status Solidi (B): Basic Research, издательство John Wiley & Sons Ltd. (United Kingdom), 2022. P. 2200481.
6. Поляков В. П., Ножкина А. В., Чириков Н. В. Алмазы и сверхтвердые материалы: учебное пособие для вузов. М.: Металлургия, 1990. С. 327.

Авторы

Колесанов Андрей Федорович – ООО «Фрезарт»

Лаптев Александр Иванович – доктор технических наук, главный научный сотрудник НИТУ МИСИС

Логинов Борис Альбертович – начальник лаборатории Национального исследовательского университета «МИЭТ»

Логинов Владимир Борисович – ведущий конструктор АО «Завод ПРОТОН»

Панкратов Алексей Алексеевич – соискатель

Полушин Николай Иванович – кандидат технических наук, заведующий лабораторией НИТУ МИСИС