

**ШКОЛА-СЕМИНАР МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ ЦЕНТРАЛЬНОГО РЕГИОНА
ПО ТЕМЕ: «УЧАСТИЕ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ В ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ, ПОИСКОВЫХ
И ПРИКЛАДНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПО СОЗДАНИЮ НОВЫХ УГЛЕРОДНЫХ
И НАНОУГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ»**

Школа-семинар молодых ученых Центрального региона на тему: «Участие молодых ученых в фундаментальных, поисковых и прикладных исследованиях по созданию новых углеродных и наноуглеродных материалов» была организована Общероссийской общественной организацией специалистов в области углерода и углеродных материалов «Углеродное общество» (УгО), Советом директоров ОАО НПО «Стеклопластик», Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов» (ФГБНУ ТИСНУМ) и ОАО «НИИГрафит» и проведена в соответствии с программой конференции в п. Андреевка Московской области 2 - 3 октября 2013 г.

В работе семинара приняли участие 46 участников из Центрального региона России, в том числе такие ведущие специалисты по углеродной тематике как член-корр. РАН Костилов Валерий Иванович, д.т.н. Бейлина Наталия Юрьевна, д.т.н. Ножкина Алла Викторовна, председатель Совета Директоров ОАО НПО «Стеклопластик», к.х.н. Трофимов Николай Николаевич.

На семинаре было сделано 23 доклада молодыми учеными и 7 докладов ведущих специалистов «Углеродного общества», заслушаны доклады о проблемах производства на НПО «СТЕКЛОПЛАСТИК».

Проведенный семинар показал высокую заинтересованность молодых ученых в обмене

мнениями с коллегами и ведущими учеными и специалистами отрасли.

По ходу проведения семинара внимательно рассматривались вопросы, замечания и предложения выступавших. В решении семинара были отмечены доклады следующих молодых ученых:

- Пахомова И.В. (ФГБНУ ТИСНУМ) «Синтез сверхтвердых композиционных материалов в системе C60 – алмаз при высоких давлениях и температурах»;

- Насибулина А.В. (ОАО «НИИГрафит») «Исследование влияния способа введения наноструктурирующей добавки на свойства пековой матрицы»;

- Квашнина А.Г. (ФГБНУ ТИСНУМ) «Фазовые переходы в квазидвумерных углеродных материалах»;

- Сорокина О.Ю. (ОАО «НИИГрафит») «Изучение процесса силицирования углеродных материалов»;

- Седловец Д.М. (ФГБУН ИПТМ РАН) «Кинетика роста графеноподобных пленок из паров этанола»;

- Теличко А.В. (ФГБНУ ТИСНУМ, МФТИ) «Исследование физико-химических и акустических свойств пьезоэлектрических слоистых структур Me1/AlN/Me2/(100) алмаз».

По итогам работы семинара были отобраны доклады для опубликования на страницах этого журнала.

Президент Общероссийской общественной организации специалистов в области углерода и углеродных материалов «Углеродное общество»

В.Д. Бланк

УДК 544.558, 533.924

В.С. Бормашов, А.В. Голованов, А.П. Волков, С.А. Тарелкин, С.Г. Буга, В.Д. Бланк

ГЛУБОКОЕ РЕАКТИВНОЕ ИОННОЕ ТРАВЛЕНИЕ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА

(Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов,
Московский физико-технический институт)
e-mail: anton.golovanov2012@gmail.com

Разработано и исследовано глубокое реактивное ионное травление поверхности синтетического монокристаллического алмаза в двухступенчатом процессе травления в плазме на основе SF_6 и покрытия защитной пленкой в плазме на основе CF_4 . Для контроля рельефа поверхности алмазных образцов до и после обработки плазмой использована методика, основанная на анализе частотной зависимости спектральной плотности мощности экспериментальных изображений, полученных с помощью атомно-силовой микроскопии на различных пространственных масштабах.

Ключевые слова: реактивное ионное травление, синтетический алмаз, атомно-силовая микроскопия, спектральная плотность мощности шероховатости

ВВЕДЕНИЕ

Многочисленные применения синтетического алмаза в устройствах экстремальной и силовой электроники [1], рентгеновской оптике высоких энергий [2], акустике [3] требуют надежных методов планаризации алмазной поверхности, вплоть до атомарно-гладкой, а также формирования на ней рельефных структур с большим аспектным соотношением. Для этого перспективно использование двухступенчатого процесса «пассивация – реактивное ионное травление» (аналога BOSCH-процесса сверхглубокого травления кремния) и литографии. Универсального способа контроля рельефа поверхности на наномасштабах не существует. Опыт производства интегральных схем показывает, что при наличии структур на поверхности требуется отдельный анализ в масштабе одной точки, отдельной структуры и всей поверхности [4]. Большое внимание уделяется спектральному подходу к изучению рельефа на различных масштабах [4-5].

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

В работе использовались монокристаллы алмаза типа Ib и IIa, выращенные в ФГБНУ ТИСНУМ методом температурного градиента на затравке при высоком давлении и температуре (НРПТ) [6-7]. Из них были вырезаны пластины

размером до 5 мм, толщиной 200-500 мкм с ориентацией поверхности, соответствующей кристаллографической плоскости (001). Затем они были отполированы механически.

Схема установки для реактивного ионного травления (РИТ) приведена на рис. 1.

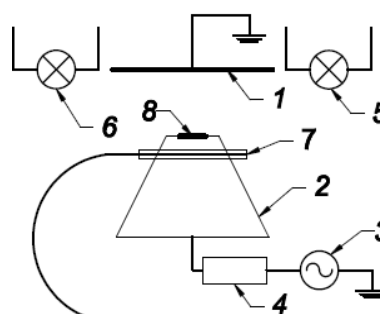


Рис. 1. Схема установки для реактивного ионного травления: 1 – верхний электрод, 2 – нижний электрод-стол для образцов, 3 – генератор ВЧ смещения, 4 – согласующая схема, 5, 6 – кварцевые лампы, 7 – термопара, 8 – образец
Fig. 1. Etching reactor scheme: 1 – upper electrode, 2 – lower electrode - substrate holder, 3 – RF generator, 4 – matching circuit, 5, 6 – quartz lamps, 7 – thermocouple, 8 – substrate

Установка представляла из себя вакуумную камеру с плоскостопараллельными электродами (1 и 2). Верхний электрод диаметром 60 мм был заземлен. Нижний электрод диаметром 20 мм служил столиком для образцов (8), на него подавалось ВЧ смещение (13,56 МГц) мощностью до

50 Вт (3). Зазор между электродами составлял 15 мм. Давление в камере могло устанавливаться в диапазоне 3-30 Па, ускоряющие напряжения 100-250 вольт. РИТ могло осуществляться с использованием газовых сред на основе кислорода, аргона, элегаза, фторуглеродов и их смесей. Наличие согласующей схемы (4) между ВЧ генератором и нижним электродом позволило обрабатывать как проводящие, так и непроводящие подложки. Камера была оборудована кварцевыми лампами (5,6) для нагрева образцов до 300°C. В нижний электрод была вставлена термопара (7) для контроля температуры непосредственно вблизи образцов. Для защиты термопары от воздействия плазмы она была помещена в керамическую трубку.

Ранее в качестве газовой среды использовался элегаз SF₆ [8], обладающий высокой степенью ионизации и тяжелыми ионами и, как следствие, высокой скоростью травления [9]. Однако высокая интенсивность физического распыления при РИТ приводила к разрушению масок и невозможности достижения существенных глубин травления (больше 1-2 мкм). Для повышения стойкости масок было решено периодически производить пассивацию поверхности, покрывая ее полимерной пленкой. В работе [10] предлагалось использовать для этого обработку в плазме на основе CF₄.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Алмазные пластины отмывались последовательно в растворе поверхностно-активного вещества, ацетоне и изопропиловом спирте. Затем в условиях чистого помещения класса 5 ISO пластины промывались деионизованной водой и высушивались на электроплитке при температуре 110 °C. Для создания рельефных структур на поверхности алмаза создавались защитные контактные маски из металлов (алюминий и хром были выбраны из-за возможности их химического травления) и оксида алюминия (выбран из-за его высокой стойкости к физическому распылению). Нанесение пленок на поверхность образцов производилось магнетронным осаждением на установке AJA ORION 8.

Формирование масок осуществлялось фотолитографией (стандартной и взрывной) на установке лазерной литографии прямого письма Heidelberg μ PG 101, оптимизированной для работы с маленькими образцами. После обработки плазмой остатки масок химически удалялись.

Образцы с нанесенными масками подвергались реактивному ионному травлению. Параметры травления представлены в табл. 1 и 2. Опыт №1 с РИТ в атмосфере чистого SF₆ был выполнен ранее [8]. В опыте №2 алмазная поверхность об-

рабатывалась только плазмой на основе CF₄. В опытах №3 и №4 была осуществлена двухступенчатая обработка алмаза (переход из режима травления поверхности в режим ее пассивации и обратно). Реализация ее заключалась в переключении потоков SF₆ и CF₄. Конструкция установки, однако, не позволила выключать потоки газов полностью. Травление алмазной поверхности производилось при соотношении потоков CF₄ и SF₆ 1:50, а пассивация – при соотношении потоков и 6:1. Один процесс обработки состоял из 5 циклов «1 мин пассивации + 8 мин травления» и продолжался, таким образом, 45 мин (табл. 1).

Таблица 1

Параметры реактивного ионного травления синтетического алмаза

Table 1. Parameters of reactive ion etching of diamond

№	Состав	t, мин	N, Вт	P, Па	U, В
1	SF ₆	30	30	6.3	170
2	CF ₄	60	30	1	240
3	CF ₄ /SF ₆ 6:1 1 мин +	45	30	6.3	220
	CF ₄ /SF ₆ 1:50 8 мин			7.5	135
	5 циклов по 1+8 мин				
4	CF ₄ /SF ₆ 6:1 1 мин +	45	40	6.3	240
	CF ₄ /SF ₆ 1:50 8 мин			7.5	200
	5 циклов по 1+8 мин				

Примечание: N – мощность ВЧ источника плазмы, P – давление в камере, t – время травления, U – потенциал нижнего электрода

Note: N – RF power supply, P – pressure, U – lower electrode potential, t – etching time

Зарядка нижнего электрода приводила к возникновению на нем отрицательного, по отношению к плазме, потенциала, ускоряющего ионы плазмы по направлению к подложке. Величина потенциала устанавливалась в зависимости от мощности ВЧ источника, газового состава и давления в реакторе.

Поверхность образцов исследовалась до и после обработки плазмой на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JSM-7600F и атомно-силовом микроскопе (АСМ) Ntegra Prima. Скорость травления рассчитывалась по высоте структуры (ступеньки) на границе с маской после окончания РИТ.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В табл. 2 приведены данные по скоростям травления и температурам подложек, устанавливаемым в процессе травления. Температура подложки и скорость травления зависели от типа газа и энергии ионов: при РИТ в атмосфере SF₆ (опыт №1) подложка сильно разогревалась при существенной скорости травления 70 нм/мин, а скорость разрушения маски из алюминия была в 4 раза меньше.