

Методика получения атомарно гладких подложек из монокристаллического кремния методом механического притира

© Н.И. Чхало,¹ А.А. Ахсаханян,¹ М.В. Зорина,¹ М.Н. Торопов,¹ Ю.М. Токунов²

¹ Институт физики микроструктур РАН,
607680 Нижний Новгород, Россия

² Московский физико-технический институт,
141701 Долгопрудный, Московская обл., Россия
e-mail: chkhalo@ipmras.ru

Поступило в Редакцию 22 апреля 2022 г.

В окончательной редакции 22 апреля 2022 г.

Принято к публикации 22 апреля 2022 г.

Сообщено о разработанной методике полировки подложек из монокристаллического кремния с использованием механического притира. Получена эффективная шероховатость подложки в диапазоне пространственных частот $0.025\text{--}65\ \mu\text{m}^{-1}$ на уровне 0.37 и 0.18 nm на размере кадра на поверхности 40×40 и $2 \times 2\ \mu\text{m}^2$, соответственно. Полученный результат сопоставим с результатами химико-механической и динамической полировки пластин из монокристаллического кремния для микроэлектроники.

Ключевые слова: поверхность, шероховатость, синхротронное излучение, полировка.

DOI: 10.21883/JTF.2022.08.52795.103-22

Введение

По своим теплофизическим характеристикам: высокая теплопроводность, особенно при низких температурах; умеренный (на уровне 10^{-6}) температурный коэффициент линейного расширения и высокая микротвердость, обеспечивающая хорошую полируемость материала, монокристаллический кремний является одним из наиболее перспективных материалов для изготовления кристалл-монохроматоров и подложек зеркал для применений в условиях сильных радиационных нагрузок. В частности, зеркала для синхротронов 3-го и 4-го поколений, а также рентгеновских лазеров на свободных электронах изготавливаются из этого материала [1,2].

Одним из наиболее сложных требований к полировке кремния для этих задач является необходимость одновременно обеспечивать низкую микрошероховатость и высокую точность формы поверхности. Для обеспечения высоких коэффициентов отражения многослойных рентгеновских зеркал, которые будут наноситься на эти подложки и дифракционное качество изображений, микрошероховатость поверхности должна быть на уровне не более 0.2 nm, а точность формы $\leq 1\text{--}2$ nm в зависимости от периода используемого многослойного покрытия [3]. Размеры зеркал могут составлять от десятков миллиметров, до 1 m и более. Традиционная технология химико-механической полировки хотя и позволяет получать шероховатость поверхности на уровне нескольких Å [4], тем не менее не удовлетворяет полностью требованиям по точности формы.

В настоящее время лучшие кремниевые подложки для рентгенооптики изготавливаются с использованием метода динамической полировки, когда полирующий состав подается между обрабатываемой деталью и полирующим инструментом при большом (до 1000 atm)

давлении [5]. Эта технология отличается экстремальной сложностью и фактически освоена только одной компанией JTEC, Япония.

В ИФМ РАН развивается альтернативная технология получения высокоточных и гладких подложек, включая асферические. Подход базируется на двухстадийном процессе формообразовании поверхности. На первой стадии классическим методом механического притира изготавливается плоская или сферическая поверхность [6]. Затем коррекция локальных ошибок и асферизация поверхности производится методом ионно-пучкового травления [7]. Преимущества такого подхода по сравнению с использованием на стадии формообразования малоразмерного инструмента, например [8,9], является то, что притир обеспечивает наилучшие параметры поверхности как по точности, так и по шероховатости, особенно в области средних пространственных частот, в наибольшей степени ухудшающих пространственное разрешение [10].

Этот подход прекрасно себя зарекомендовал при обработке кварцевых подложек [11]. В [3] этот подход впервые был применен для дополировки монокристаллического кремния с использованием суспензий микропорошков CeO_2 . Эффективная шероховатость в диапазоне пространственных частот $0.025\text{--}65\ \mu\text{m}^{-1}$ была улучшена с 4 nm после полировки по стандартной технологии с использованием алмазных микропорошков и на финише полирита, до 1 nm. Несмотря на улучшение качества обработки, тем не менее шероховатость осталась на неприемлемом для рентгенооптических приложений уровне.

В настоящей работе описывается усовершенствованный технологический процесс, позволивший существенно улучшить качество обработки монокристаллического кремния.

1. Методология и эксперимент

Шлифовка и полировка производились на 3-х шпиндельном станке ЗПД-350, позволяющим обрабатывать плоские и сферические детали диаметром до 350 мм. Станок обеспечивает вращение полировальника и маятниковое движение блока с обрабатываемыми деталями в широком диапазоне скоростей, а так же пневматический прижим к полировальнику. Фотография обрабатываемого блока с фрагментом станка приведена на рис. 1.

На первом этапе был сформирован блок из 7 заготовок из монокристаллического кремния диаметром 35 мм. Заготовки вырезались из булы алмазной пилой. Далее производилась ручная шлифовка на плоском шлифовальнике одной стороны, на которую заготовки приклеивались к плоской дюралевой шайбе в виде цветка (плотная упаковка), и заливались ПЕКом (СН-1 — смола наклеечная).

Далее блок подвергался процедуре глубокой шлифовки-полировки (ГШП), когда на каждой последующей стадии обработки осуществлялся сьем материала на глубину, превышающую удвоенный размер зерна абразива, использованного на предыдущей стадии.

На втором этапе производилась шлифовка с помощью латунного шлифовальника уже всего блока-цветка на станке карбидкремневыми шлифпорошками КЗ-40, КЗ-28 и КЗ-10, размер абразивного зерна составлял 40, 28 и 10 μm соответственно.

На третьем этапе производилась полировка. Полировка осуществлялась смоляным полировальником (смола СП-5) при температуре и влажности, контролируемых непосредственно в окрестности обрабатываемой детали 25°C и 20% влажности соответственно.

Вначале полировка выполнялась водными растворами микропорошков Oraline 0.5–1.0 μm и 0.3–0.5 μm . Затем финальная полировка осуществлялась суспензиями микропорошков SeO_2 со средним размером полирующих частиц 300, 100 и 50 нм производства Московского физико-технического института (МФТИ). Описание характеристик суспензий, а также результаты их применения для полировки плавленого кварца можно найти в [3,10].

На финальной стадии в суспензию добавлялась щелочь КОН разной концентрации.

Измерение микрошероховатости производилось на стенде на базе атомно-силового микроскопа (АСМ), позволяющего исследовать крупногабаритные детали [12]. Методика использует АСМ изображения для построения одномерных спектральных зависимостей плотности мощности шероховатостей от пространственной частоты ν , PSD (ν). В качестве интегральной характеристики шероховатости поверхности используются эффективные шероховатости в соответствующем диапазоне пространственных частот, получаемые интегрированием PSD-функции в этом диапазоне частот. Подробнее методика измерений шероховатости, а также латеральных ограничений АСМ микроскопии в стороны длинноволновых шероховатостей подробно анализируются в работах [13,14]. Эффективность такого подхода обусловлена



Рис. 1. Фотография блока подложек на рабочем месте.

тем фактом, что шероховатости разных диапазонов поразному влияют на разрешающую способность зеркал. Так, высокочастотные шероховатости с частотами выше $1 \mu\text{m}^{-1}$ в большей степени влияют на интенсивность изображения без потери разрешающей способности. И наоборот, среднечастотные шероховатости, диапазон частот $10^{-3} - 1 \mu\text{m}^{-1}$, в наибольшей степени влияют на разрешение. Низкочастотные шероховатости, часто называемые ошибками формы, приводят к искажению изображения как целого [10]. Поэтому анализ PSD-функций позволяет достаточно надежно предсказать изображающие свойства зеркал.

Так как основной целью настоящей работы была разработка методики получения атомарно гладких подложек из монокристаллического кремния с использованием механического притира, то основным контролируемым параметром была шероховатость. Форма поверхности уже отполированных подложек измерялась с использованием интерферометра Zygo VeriFire с плоским эталоном. Согласно паспорту прибора, погрешность измерений плоских деталей не превышала 4 нм.

2. Результаты

Влияние состава полирующих суспензий, а также содержания щелочи КОН в суспензии на шероховатость и морфологию поверхности иллюстрируют рис. 2–4. На этих рисунках и далее приведены результаты измерений для центральной детали блока. Однако результаты

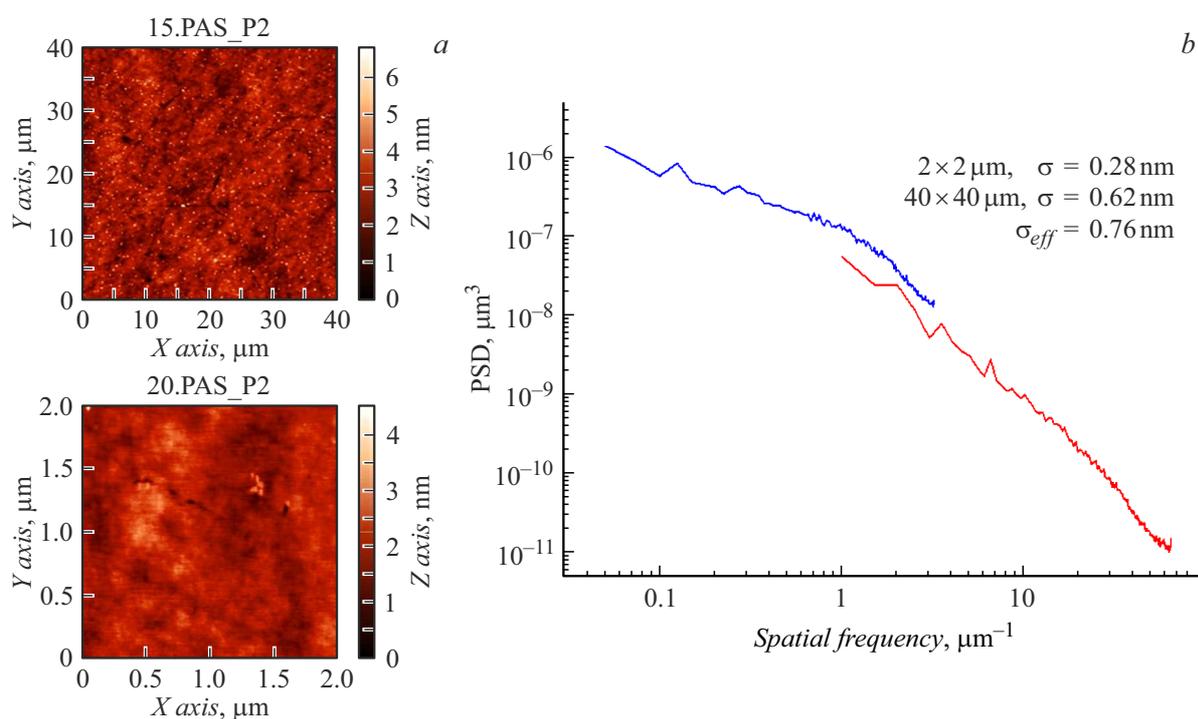


Рис. 2. Атомно-силовые изображения поверхности, кадры 2×2 и $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ (a) и PSD-функция шероховатости (b) подложки после полировки водным раствором Araline с размером зерна до $0.3 \mu\text{m}$.

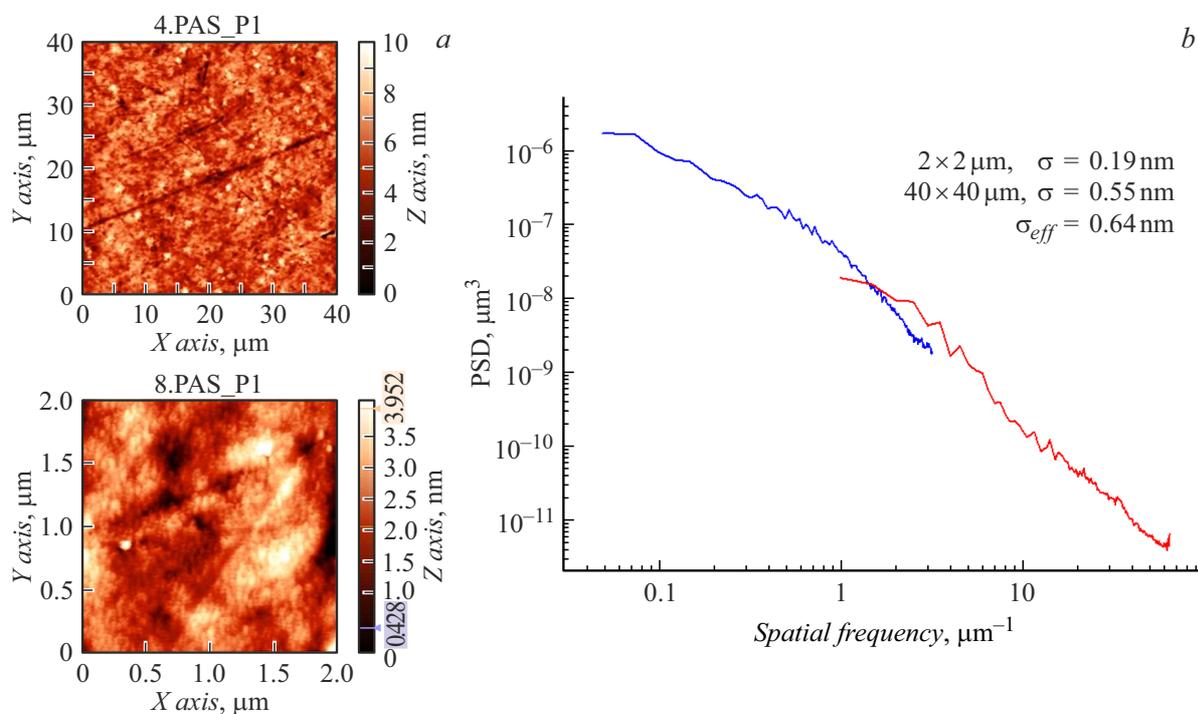


Рис. 3. Атомно-силовые изображения поверхности, кадры 2×2 и $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ (a) и PSD-функция шероховатости (b) подложки после полировки суспензией CeO_2 микропорошков с размером зерна до $0.1 \mu\text{m}$. На шкале высот синим и красным (в онлайн версии) отмечены уровни высот, в пределах которых обрабатывался кадр.

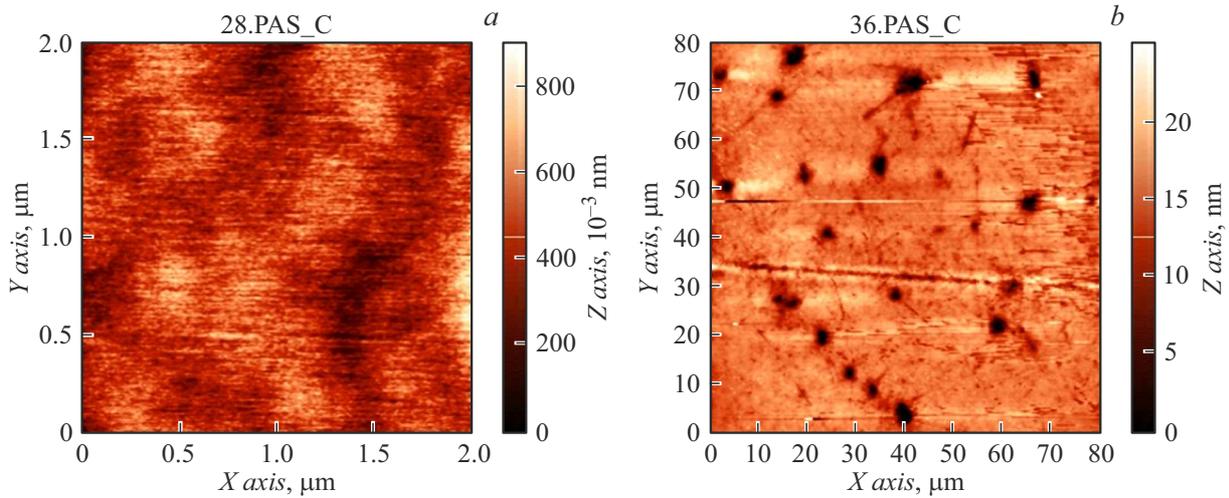


Рис. 4. АСМ кадры 2×2 (a) и $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ (b) поверхности подложки из монокристаллического кремния после полирования суспензией CeO_2 , размер зерна $0.1 \mu\text{m}$. Концентрация КОН составила около 0.5%.

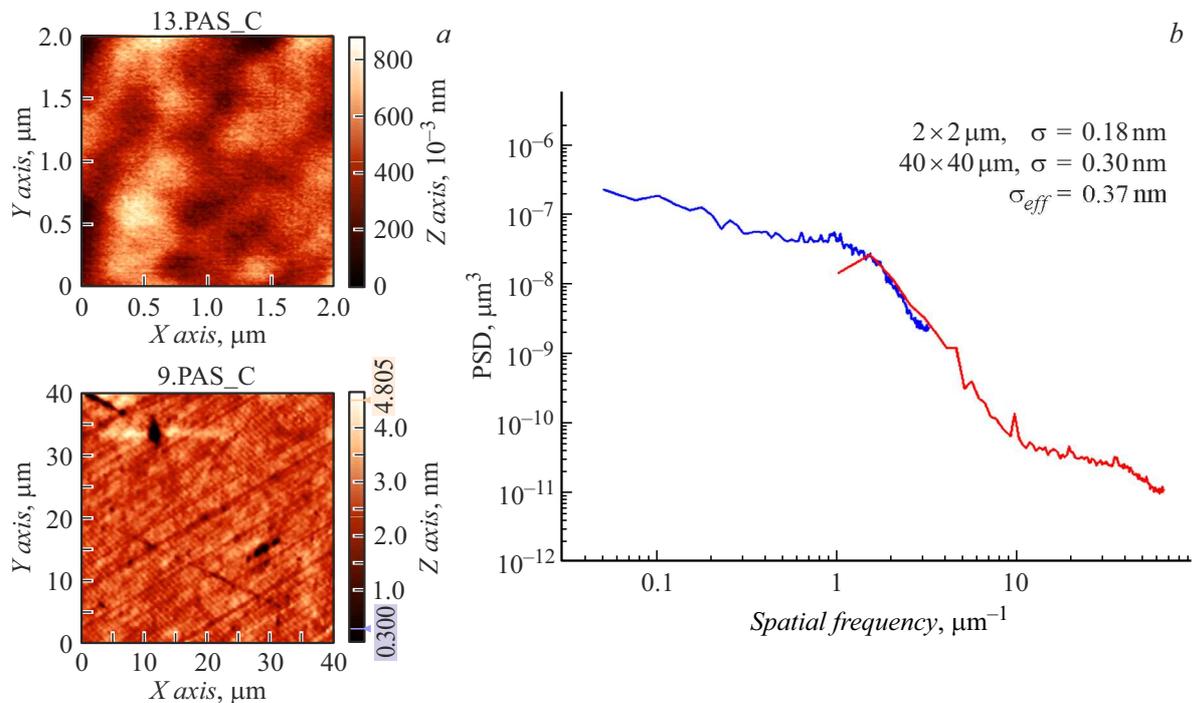


Рис. 5. Атомно-силовые изображения поверхности, кадры 2×2 и $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ — (a) и PSD-функция шероховатости (b) подложки после полировки суспензией микропорошков CeO_2 с размером зерна до $0.1 \mu\text{m}$ и содержанием 0.1% КОН в растворе. На шкале высот синим и красным (в онлайн версии) отмечены уровни высот, в пределах которых обрабатывался кадр.

измерений для других деталей с хорошей точностью совпадали между собой и с центральной деталью. На рис. 2 приведены АСМ изображения поверхности, кадры 2×2 и $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ (рис. 2, a) и построенная по данным АСМ функция спектральной плотности мощности шероховатости PSD (рис. 2, b) подложки после полировки водным раствором Aroline с размером зерна до $0.3 \mu\text{m}$. Как видно из рисунка, эффективная шероховатость в диапазоне пространственных частот $0.025\text{--}65 \mu\text{m}^{-1}$ составила 0.76 nm .

Полировка суспензией микропорошков CeO_2 с размером до $0.1 \mu\text{m}$ производства ФТИ, как видно из рис. 3, привела к уменьшению эффективной шероховатости на 0.12 nm . Применение суспензии с размером зерна 0.05 nm снизило скорость полирования, однако не повлияло на шероховатость, поэтому эта суспензия была исключена из дальнейших работ.

Для улучшения шероховатости было изучено влияние добавок щелочи КОН. Исследовалось влияние концентрации КОН в полирующей суспензии на шерохова-

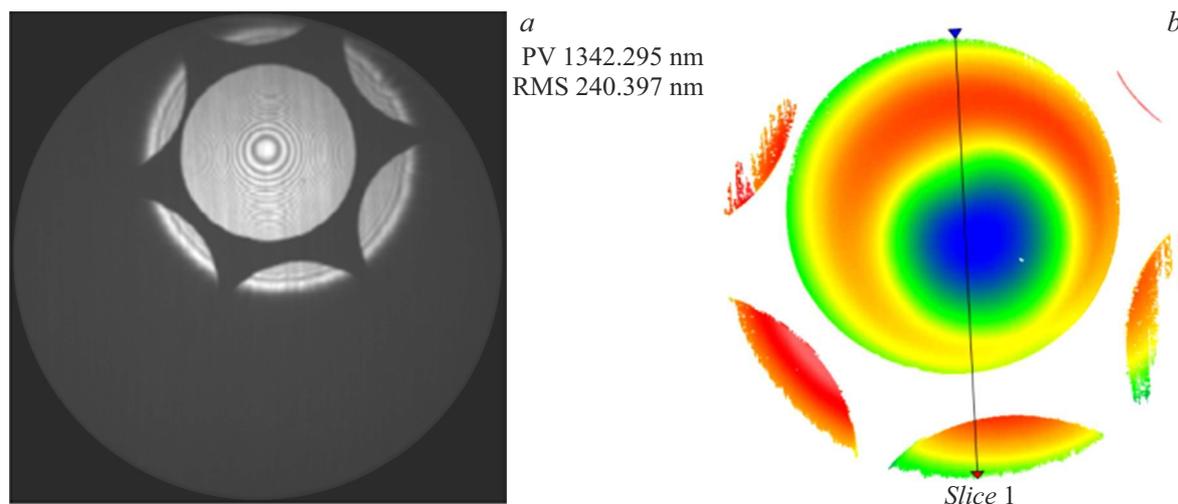


Рис. 6. Интерферограмма (a) и карта отклонения поверхности подложки от плоскости (b), измеренные на интерферометре Zygo VeriFire.

тость и морфологию поверхности. Пример избыточной концентрации демонстрирует рис. 4, на котором приведены АСМ кадры 2×2 и $80 \times 80 \mu\text{m}^2$. Концентрация КОН составила около 0.5%. Если посмотреть на кадр $2 \times 2 \mu\text{m}^2$, то значение шероховатости оказалось мало, на уровне 0.1 nm. Однако на кадре $80 \times 80 \mu\text{m}^2$ четко видны глубокие ямки.

В ходе исследования была найдена оптимальная концентрация КОН в полирующей суспензии CeO_2 , размер зерна 0.1 μm , которая составила около 0.1%. Результаты измерений шероховатости и морфологии поверхности приведены на рис. 5. Как видно из рисунка, на поверхности наблюдаются единичные „протравы“, причем такие изображения были найдены специально. В большинстве случаев эти „протравы“ отсутствуют. Эффективная шероховатость составила 0.37 nm. Мы ожидаем, что, согласно работе [15], после ионно-пучковой полировки шероховатость снизится до величины 0.2–0.25 nm, что вполне достаточно для рентгенооптических приложений.

Результаты измерений формы поверхности детали с помощью интерферометра иллюстрирует рис. 6. На рис. 6, a приведена измеренная интерферограмма, а на рис. 6, b — восстановленная по интерферограмме карта отклонений поверхности от плоскости. Параметры поверхности составили по параметру максимально перепада высот около 1.3 μm , а по среднеквадратическому отклонению 0.24 μm .

Заключение

Основным результатом исследования стала разработка технологического процесса полировки монокристаллического кремния, который использует классический механический притир на твердом полировальнике. Такой подход позволит одновременно получить низкую шероховатость и высокое качество формы поверхности в

отличие от классического метода химико-механической и динамической полировки монокристаллического кремния для микроэлектроники.

Получена эффективная величина шероховатости в диапазоне пространственных частот $0.025\text{--}65 \mu\text{m}^{-1}$ на уровне 0.37 nm. Эта величина сравнима с шероховатостью классических подложек для микроэлектронной промышленности [16,17]. После ионной пучковой полировки, как показано в [15], можно ожидать снижения шероховатости до 0.25–0.2 nm, что удовлетворяет требованиям к рентгенооптическим приложениям.

Полученная в ходе эксперимента точность формы, среднеквадратическое отклонение поверхности от плоскости 0.24 μm , не удовлетворяет требованиям для рентгенооптики. Однако надо отметить, что целью настоящей работы была разработка технологического процесса, обеспечивающего низкую шероховатость, а форма была измерена только после окончания полировки, иными словами, контроль и коррекция технологических параметров для ее улучшения не производились. Кроме того, ошибка имеет осесимметричный характер, что позволяет легко ее скорректировать ионным пучком [7].

В настоящее время, используя разработанный в настоящей работе процесс полировки, мы приступили к созданию экспериментальных образцов подложек из монокристаллического кремния для синхротронных применений с нанометровой точностью формы поверхности.

Финансирование работы

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП ИФМ РАН, при поддержке гранта РФФ № 21-72-30029.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] D.H. Bilderback, A.K. Freund, G.S. Knapp, D.M. Mills. *J. Synchrotron Rad.*, **7**, 53 (2000). DOI: 10.1107/S0909049500000650
- [2] H. Thiess, H. Lasser, F. Siewert. *Nucl. Instrum. Meth. A*, **616**, 157 (2010). DOI: 10.1016/j.nima.2009.10.077
- [3] Н.И. Чхало, А.А. Ахсахалян, Ю.А. Вайнер, М.В. Зорина, А.Е. Пестов, М.В. Свечников, М.Н. Торопов, N. Kumar, Ю.М. Токунов. *ЖТФ*, **91** (10), 1588 (2021). DOI: 10.21883/ЖТФ.2021.10.51375.95-21
- [4] Siltronix. Silicon wafer specifications [Электронный ресурс] Режим доступа: <https://www.sil-tronix-st.com/en/silicon-wafer/silicon-wafer-specifications>, свободный. (дата обращения: 26.05.2022).
- [5] K. Yamauchi, H. Mimura, K. Inagaki, Y. Mori. *Rev. Sci. Instrum.*, **73**, 4028 (2002). DOI: 10.1063/1.1510573
- [6] Н.И. Чхало, И.В. Малышев, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Н.Н. Салашченко, М.Н. Торопов. *УФН*, **190** (1), 74 (2020). DOI: 10.3367/UFN.2019.05.038601
- [7] А.Д. Ахсахалян, Е.Б. Ключенков, А.Я. Лопатин, В.И. Лучин, А.Н. Нечай, А.Е. Пестов, В.Н. Полковников, Н.Н. Салашченко, М.В. Свечников, М.Н. Торопов, Н.Н. Цыбин, Н.И. Чхало, А.В. Щербаков. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, **1**, 5 (2017). DOI: 10.7868/S0207352817010048
- [8] Y. Huang, B. Fan, Y. Wan, S. Li. *Optik*, **172**, 540 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2018.07.039>
- [9] K.N. Khatri, R. Sharma, V. Mishra, H. Garg, V. Karar. *Adv. Mater. Proc.*, **2** (7), 425 (2017). DOI: 10.5185/amp.2017/704
- [10] U. Dinger, F. Eisert, H. Lasser, M. Mayer, A. Seifert, G. Seitz, S. Stacklies, F.-J. Stickel, M. Weiser. *Proc. SPIE*, **4146**, 35 (2000). DOI:10.1117/12.406674
- [11] М.Н. Торопов, А.А. Ахсахалян, М.В. Зорина, Н.Н. Салашченко, Н.И. Чхало, Ю.М. Токунов. *ЖТФ*, **90** (11), 1958 (2020). DOI: 10.21883/ЖТФ.2020.11.49990.127-20
- [12] N.I. Chkhalo, N.N. Salashchenko, M.V. Zorina. *Rev. Sci. Instrum.*, **86**, 016102 (2015). <https://doi.org/10.1063/1.4905336>
- [13] M.M. Barysheva, Yu.A. Vainer, B.A. Gribkov, M.V. Zorina, A.E. Pestov, N.N. Salashchenko, R.A. Khramkov, N.I. Chkhalo. *Bull. Rus. Acad. Sci. Phys.*, **76** (2), 163–167 (2012). DOI: 10.3103/S1062873812020037
- [14] N.I. Chkhalo, S.A. Churin, A.E. Pestov, N.N. Salashchenko, Yu.A. Vainer, M.V. Zorina. *Opt. Express*, **22** (17), 20094 (2014). DOI: 10.1364/OE.22.020094
- [15] M.S. Mikhailenko, A.E. Pestov, N.I. Chkhalo, M.V. Zorina, A.K. Chernyshev, N.N. Salashchenko, I.I. Kuznetsov. *Appl. Opt.*, **61** (10), 2825 (2022). DOI: 10.1364/AO.455096
- [16] L.N. Abdulkadir, K. Abou-El-Hossein, A.I. Jumare, P.B. Odedeyi, M.M. Liman, T.A. Olaniyan. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **96**, 173–208 (2018). DOI: 10.1007/s00170-017-1529-x
- [17] A.R. Belure, A.K. Biswas, D. Raghunathan, Rishipal, S. Bhartiya, R. Singh, S.K. Raid, R.S. Pawade, M.P. Kamath, N.S. Benerji. *Mater. Today Proc.*, **26**, 2260 (2020). DOI: 10.1016/j.matpr.2020.02.490/