



ОБРАБОТКА ПЛАСТИН МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КАРБИДА КРЕМНИЯ

С. В. Ивенин

*ФГБОУ ВПО «Мордовский государственный
университет им. Н. П. Огарёва» (г. Саранск, Россия)*

В представленной работе рассматриваются варианты технологического процесса обработки пластин монокристаллического карбида кремния, начиная с резки и заканчивая полировкой. На основе работ отечественных и зарубежных авторов показано, что наиболее важным и ответственным является заключительный этап, который должен обеспечить высокое качество поверхности (шероховатость $< 0,5$ нм) и приемлемые скорости удаления материала. При этом все технологические операции взаимосвязаны, и выбор режимов обработки на данной операции влияет на условия проведения последующих обработок, поэтому каждая технологическая операция может иметь варианты реализации. Так, выбор размеров алмазного зерна, которое используется почти на всех этапах обработки, всегда проводится на основе компромисса между скоростью обработки и глубиной нарушенного слоя. Для получения наилучшего соотношения между скоростью обработки и качеством поверхности шлифовку, например, проводят в 2 или 3 этапа, последовательно уменьшая размеры алмазного зерна. Качественное выполнение финишных операций обработки пластин карбида кремния, создает возможность на последующих операциях (эпитаксия, окисление, фотолитография и т. д.) обеспечить получение карбидокремниевых приборов с заданными параметрами. Учитывая особенности карбида кремния, высокая твердость которого близка к алмазу при одновременной высокой хрупкости, решение этой проблемы требует постоянного поиска и исследования новых технологических приемов обработки. В работах различных исследователей показано, что традиционные методы обработки пластин карбида кремния, хорошо отработанные еще на кремнии, позволяют получить достаточно высокое качество поверхности, но при этом требуется больше затрат времени. Использование полирующих абразивов на основе силиказолов с добавлением наноструктурированного алмаза позволяют достигать скорости удаления карбида кремния $\sim 0,2$ мкм и шероховатости $\sim 0,4$ нм.

Ключевые слова: карбид кремния, резка, шлифовка, полировка, механическая полировка, химическая полировка, химико-механическая полировка, скорость удаления материала, СУМ, шероховатость

MONOCRYSTALLINE SILICON CARBIDE WAFERS PROCESSING

S. V. Ivenin

Ogarev Mordovia State University (Saransk, Russia)

The present paper considers the methods of processing monocrystalline SiC wafers from cutting to polishing. The review of scientific papers by Russian and foreign authors shows that the most important and crucial is the final phase, which aimed at assurance of a high quality of surface (roughness $< 0,5$ nm). Moreover, all production operations are interrelated and the selection of processing mode for this operation influences the conditions of post processing. So, every production operation may have some implementation variants. For example, the selection of size of diamond grain which is used almost at all processing phases is made on the base of processing rate – damaged layer depth tradeoff. In order to obtain the best ratio

between processing rate and quality of a surface, polishing is carried out in two or three phases, reducing consecutively the size of diamond grain. Operations of processing SiC wafers make it possible for the following operations (epitaxy, oxidation, and photolithography) to ensure producing SiC devices with the given parameters. Taking into account the properties of SiC – high hardness, similar to that of diamond, and high brittleness – the problem solving requires constant search and investigation of new methods of processing. A number of scientific works show that traditional methods of processing SiC wafers, well developed in using silicon, make it possible to get quite a high-quality surface, but it is time consuming. The use of polishing abrasives on the base of silicagel with addition of nanostructured diamond allows achieving SiC removal rate $\sim 0.2 \mu\text{m/h}$ and roughness $\sim 0.4 \text{ nm}$.

Keywords: silicon carbide, cutting, grinding, polishing, mechanical polishing, chemical polishing, chemical-mechanical polishing, material removal rate, MRR, roughness

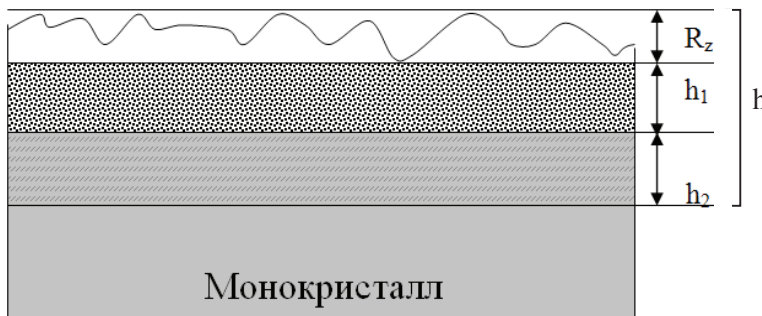
Для изготовления большинства современных полупроводниковых приборов на основе карбида кремния требуются монокристаллические пластины с эпитаксиальными слоями. Отметим, что пластины-подложки и эпитаксиальные слои должны иметь возможно более совершенное кристаллическое строение, минимум или полное отсутствие дефектов и дислокаций, минимально возможные неровности (шероховатость) поверхности ($< 0,5 \text{ nm}$).

Наиболее высокие требования предъявляются к поверхности пластин. Ориентация пластин должна выдерживаться с точностью до $1-2^\circ$, их поверхность должна быть плоской (отклонение на всем диаметре не должно превышать $\pm 1 \mu\text{m}$). Еще одним важным требованием является отсутствие нарушенного приповерхностного слоя [2].

Для выполнения перечисленных требований в технологии приборов применя-

ют различные способы обработки пластин карбида кремния: механическая и химико-механическая твердыми агентами (резка, шлифовка, травление в жидких средах); обработка в газовых средах (газовое травление и очистка); плазменная обработка (ионное и плазмохимическое травление и очистка).

Существует 2 вида абразивной (механической) обработки, т. е. воздействия твердого вещества – абразива на поверхность хрупкого материала (например, карбида кремния): обработка свободным и связанным абразивом. В обоих случаях происходит хрупкое разрушение поверхности пластины полупроводника, при этом во втором добавляется срезание выступов поверхности закрепленным зерном абразива. В результате таких воздействий образуется нарушенный слой (h), структура которого представлена на рис. 1.



Р и с. 1. Строение нарушенного слоя

F i g. 1. Structure of damaged layer

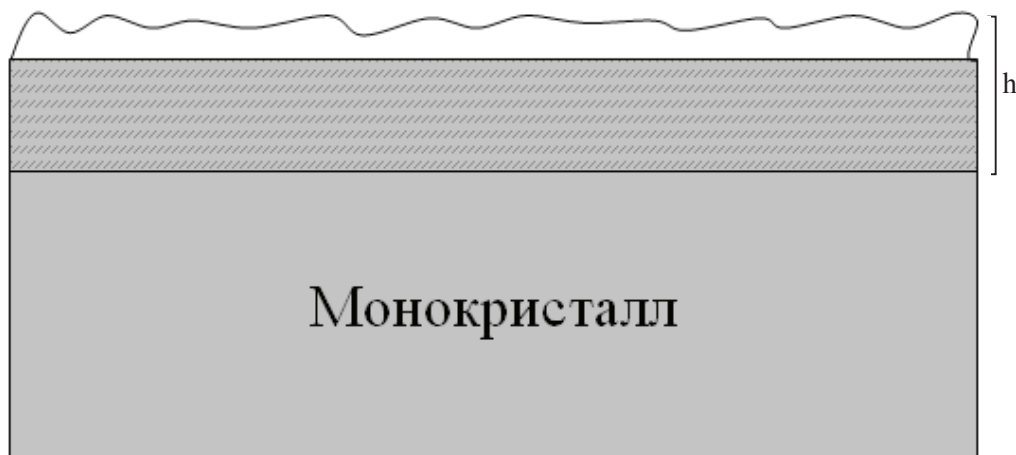
R_z – рельефный слой, состоящий из выступов и впадин; h_1 – трещиноватый слой, пронизанный трещинами и выколами; h_2 – напряженный слой, в котором действуют силы упругой деформации [Там же].



Глубина рельефного R_z и трещиноватого слоя h_1 зависит в основном от характеристик абразива (в частности размеров зерен и их прочности) однако влияние обрабатываемого материала также необходимо учитывать. Например, в гексагональном карбиде кремния (4H-SiC и 6H-SiC) пластически деформированная часть нарушенного слоя практически отсутствует, а трещиноватый слой существенно меньше, чем в других

материалах, при использовании аналогичных абразивов [1].

Структура слоя, представленная на рис. 1, соответствует результатам предварительных видов обработки (резка, шлифовка алмазными кругами). Алмазная обработка более мелким зерном на мягких притирах из ткани или на резиновой основе приводит к образованию на поверхности сетки рисок и тонкого слоя, в котором прошла пластическая деформация (рис. 2).



Р и с. 2. Строение нарушенного слоя поверхности монокристалла после обработки на тканевых притирах

Fig. 2. Structure of damaged layer surface of the single-crystal after lapping

Нарушенный после химико-механической полировки слой имеет равномерную толщину, а его свойства отличаются от свойств основного материала.

Механическую обработку можно проводить сухими абразивами, но, как правило, применяют суспензии или эмульсии абразивных материалов. При этом жидкость выполняет множество важных функций. Ее физическое воздействие заключается в распределении абразивных зерен по поверхности пластины и вымывании разрушенных зерен и частиц материала; смазывании поверхностей и отведении тепла; смягчении ударно-вибрационных усилий.

Химическое воздействие жидкости приводит к гидратации поверхности или образованию окислов и других соединений, что особенно важно для процессов полировки. Кроме этого, попадая в микротрещины, она способствует разрушению материала.

Характер обработки связанным абразивом заметно отличается от обработки свободным абразивом. Качество поверхности при обоих видах обработки может быть достигнуто примерно одинаковое, но при одном и том же количестве свободных и закрепленных зерен в случае связанного абразива скорость обработки является более высокой, а глубина на-

рушенного слоя – меньшей. Скорость шлифовки вторым способом не может быть высокой, поскольку в основе процесса лежит ударно-вибрационное действие абразивных зерен [3].

При обработке связанным абразивом важным фактором является тип связки. В зависимости от способа закрепления зерен различают твердые и вязкие, твердые и хрупкие, мягкие и пластичные, а также упругие связки. Примером инструмента с твердой и вязкой связкой служит никелевый шлифовальный круг с надежно закрепленным алмазным абразивом.

Упругие связки чаще всего применяют для полирования. Их имеют мягкие полировальники из войлока, фетра, велюра, батиста. Процесс полирования отличается от шлифования не только типом связки, но и размером зерна абразива и большей ролью химических процессов. При полировке алмазными порошками или окислами алюминия фактор механического воздействия остается основным, но уже при использовании двуокиси кремния и окислов редкоземельных элементов нельзя обойтись без учета химических реакций. Например, при полировке двуокисью кремния диаметр частиц SiO_2 может достигать больших значений, но это не отразится на качестве поверхности. Предполагается, что основную роль в этом случае играют такие химические реакции как растворение гидратированной или окислительной поверхности. Таким образом, данный процесс является химико-механическим полированием.

Качество и производительность полировки определяется тремя химическими факторами: составом суспензии, ее pH и температурой.

Существует еще один важный момент, связанный с различием свойств полированной и шлифованной поверхности. Если одна сторона отшлифована, а другая отполирована, то за счет расклинивающих усилий возникает заметный изгиб пластин. Этот эффект получил

название эффекта Тваймана и зависит от соотношения толщины и диаметра пластины, а также от размеров зерна абразива, использовавшегося при шлифовке. Для устранения эффекта Тваймана следует применять одинаковую обработку обеих поверхностей, не оставляющую нарушенных слоев [2].

Технологический процесс обработки пластин карбида кремния

Процесс подготовки пластин карбида кремния для проведения эпитаксиального роста слоев самого материала (автоэпитаксия) или для роста пленок другого материала, например, GaN, AlN (гетероэпитаксия) включает ряд необходимых технологических операций: резка, шлифовка, полировка, очистка пластин. Каждая из них может реализовываться разными способами, и поэтому технологический маршрут обработки пластин имеет варианты, обусловленные требованиями к качеству поверхности и составом оборудования для обработки и контроля.

На рис. 3 представлена схема предэпитаксиальной обработки пластин карбида кремния.

Резка слитков

Процесс резки заключается в разделении слитков полупроводникового материала на тонкие (300–600 мкм) плоскопараллельные пластины с точностью 5–7 %. Режимы резки выбирают в зависимости от вида полупроводникового материала, диаметра слитка, толщины отрезаемой пластины, требований к точности обработки. Наиболее распространенной является резка алмазным диском с внутренней режущей кромкой. Кроме того, применяются металлические полотна и проволоки с использованием алмазных абразивов.

Резка слитков проволоками с применением алмазных абразивов является предпочтительной для карбида кремния, учитывая повышенную твердость



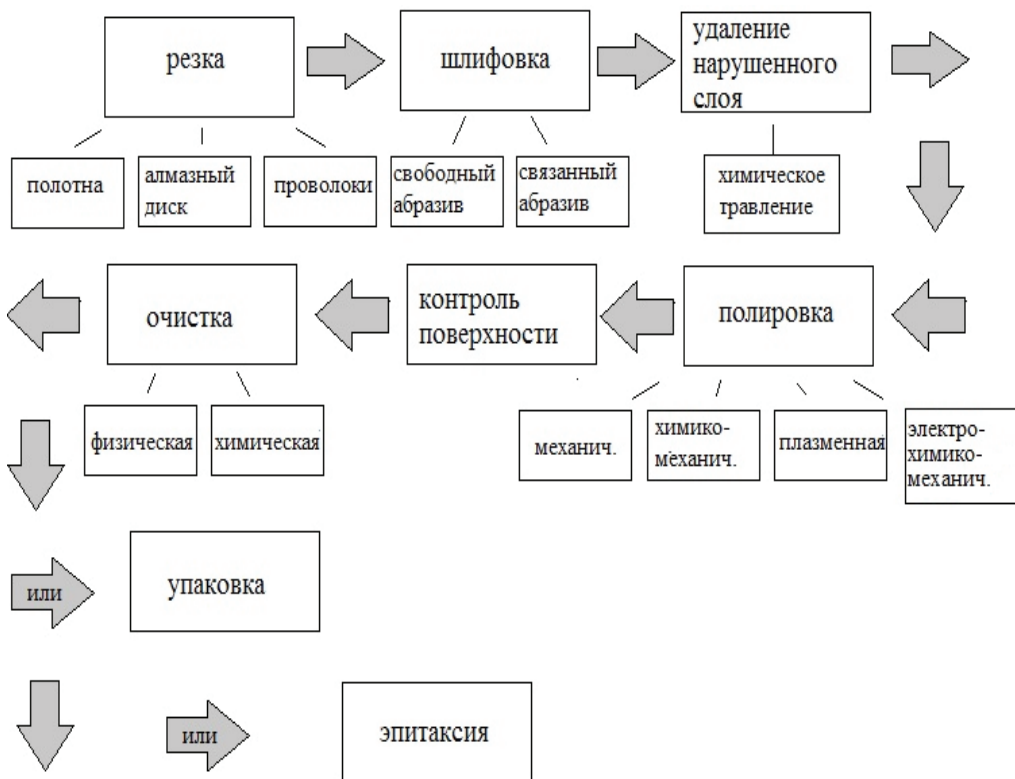
и чрезвычайно высокую хрупкость материала, а также особенность его кристаллической структуры, которая приводит к скалыванию пластин вдоль плоскости {0001}.

Резка проволоками происходит по принципу их перемотки с одного ролика на другой с большой скоростью. При этом на проволоку непрерывно подается абразивная суспензия.

Размеры алмазного зерна выбирают путем компромисса между скоростью резки и глубиной нарушенного слоя. Учитываются также физико-химические свойства разрезаемого материала. Для карбида кремния размер алмазного зерна обычно лежит в диапазоне 63/50–80/63 мкм [5].

Полученные после разрезания слитка полупроводниковые пластины обладают рядом недостатков: механически нарушенный слой, неплоскостность и непараллельность сторон, изгиб и шероховатость поверхности; поэтому после проведения резки обязательной операцией является шлифовка. При этом в карбиде кремния слой пластической деформации практически не образуется, а глубина нарушенного слоя существенно меньше по сравнению с кремнием [6].

Для разделения монокристаллических слитков на пластины в настоящее время используются также алмазные диски с внутренней режущей кромкой с применением алмазных абразивов.



Р и с. 3. Схема технологического процесса обработки пластин карбида кремния
 F i g. 3. Scheme of silicon carbide wafers processing



Шлифовка пластин

Процесс шлифовки классифицируют по технологическому и конструкторскому признакам, а также по способу использования абразивного материала.

По технологическому признаку шлифовку разделяют на предварительную и окончательную, однако возможно и большее количество этапов. По конструкторскому признаку шлифовка может быть односторонней и двусторонней. По виду используемого материала – производимой свободным и связанным абразивом.

Основное назначение операции шлифования пластин карбида кремния заключается в придании им требуемой точности геометрических форм, удалении излишнего материала (утонышении) и повышении качества поверхности. Учитывая высокую твердость карбида кремния, в качестве абразивного материала применяется, как правило, алмаз.

Шлифование пластин на разных предприятиях и фирмах проводят как связанным, так и свободным абразивом на станках как с односторонней, так и двусторонней обработкой.

Шлифование связанным абразивом проводят на шлифовальных кругах, которые представляют собой металлические диски с нанесенным на их поверхность алмазным слоем толщиной в несколько миллиметров. Круги различаются по зернистости и содержанию алмаза. Более крупный размер зерна обеспечивает большие скорости удаления материала, но и большие нарушения

поверхности и приповерхностного слоя (большая глубина нарушенного слоя). Вследствие этого шлифование проводят в 2 или даже 3 этапа, последовательно уменьшая размер зерна алмазного абразива от 100–80 до 10–3 мкм.

При шлифовании свободными абразивами в качестве шлифовального материала применяют сталь, пористый чугун, латунь, алюминий, твердое дерево и другие материалы. В качестве абразивного материала для шлифования карбида кремния допускаются алмаз и нитрид бора, поскольку только они имеют более высокую, чем у карбида кремния, твердость. Чаще всего используется алмаз, который входит в состав суспензий и паст. Размеры зерен в алмазных пастах и суспензиях для шлифования аналогичны используемым при шлифовке связанным абразивом, т. е. от 100–80 до 10–3 мкм.

В работе [1] были исследованы пластины 6H-SiC со стороны углеродной грани после механической обработки алмазными пастами с размером зерна 1, 5, 7 и 14 мкм. Нарушенный слой в данной работе имел две зоны – рельефную и трещиноватую. Общая толщина нарушенного слоя была оценена как 0,2–0,4 от диаметра зерна абразива.

В работе [13] исследовалась глубина нарушенного слоя после механической обработки пластин 6H-SiC со стороны кремниевой грани алмазными пастами с размером зерна 4, 8, 12 и 15 мкм. Полученные результаты приведены в табл. 1.

Таблица 1

Table 1

Зависимость рельефного и трещиноватого слоя от размера зерна абразива

Dependence of relief and cracked layer on abrasive grain size

Размер зерна абразива, мкм	Глубина рельефного слоя, нм	Глубина трещиноватого слоя, мкм
15	100	1–3
12	50	1
8	10	0,2–0,3
4	< 1	0,1



Будем считать, что обработка пластин абразивами с размерами зерна до 3 мкм относится к процессам шлифования, а обработка более мелким зерном – полирования. При этом необходимо иметь в виду также качество поверхности, а именно глубину нарушенного слоя и шероховатость.

Полировка пластин

Процесс полировки отличается от шлифовки технологическим режимом, размерами зерна и видом абразива,

а также материалом полировальника. Кроме того, полировка проводится чаще всего с одной стороны с использованием свободного абразива. Полировальники представляют собой жесткие диски обтянутые мягким материалом: фланелью, замшей, батистом, фетром, шелком, синтетической тканью типа «политэкс» и т. д. В качестве абразива используются микропорошки (с зернистостью < 3 мкм) алмаза, оксида алюминия, оксида хрома, диоксида кремния и диоксида циркония (табл. 2) [8; 12].

Таблица 2

Table 2

Абразивы для полирования SiC
Abrasives for polishing SiC

Абразив	Твердость по Кнуппу, кг/мм ²
Алмаз	7 000
SiC	2 500
Al ₂ O ₃	2 100
Cr ₂ O ₃	1 800
Si ₃ N ₄	1 450
ZrO ₂	1 200
SiO ₂	820

На основе этих материалов готовятся суспензии и пасты. Для получения поверхности пластин высокого качества без дефектов и с шероховатостью < 0,5 нм суспензии и пасты с различными абразивами для полировки необходимо сочетать с другими видами обработки (химическими, электрохимическими, температурными, плазменными).

Как правило, стандартный процесс полировки состоит из 3 этапов [2].

1. Предварительная полировка алмазными микропорошками с размером зерна 3–2 мкм (АС 3/2). Этот этап отличается достаточно большой скоростью удаления материала, но при этом

наличием значительных дефектов поверхности.

2. Полировка более мелким алмазным зерном ~ 1–0,5 мкм при смене материала полировальника на более мягкий (например, с батиста на велюр). На этом этапе уменьшается частота вращения полировальника, но может быть увеличено давление на него. При этом скорость удаления материала остается приблизительно такой же, как на первом этапе.

3. Финишная полировка включает в себя смену материала полировальника и абразивного материала. В качестве материала полировальника можно использовать специальные тка-

ни на основе искусственного волокна. Абразивными материалами могут быть оксид хрома, двуокись кремния и двуокись циркония.

Наиболее часто для финишной полировки карбида кремния применяется коллоидная суспензия двуокиси кремния с концентрацией 75–200 г/л и $\text{pH} = 10\text{--}11$, которая достигается добавлением гидроокиси щелочного металла [3; 5]. При низких значениях pH процесс полировки недостаточно эффективен, а слишком высокие значения могут вызвать локальные вытравливания полируемого материала [14].

Из сказанного следует, что в отличие от первых двух этапов, где удаление материала происходит в основном за счет механического удаления, на третьем этапе процесс является комплексным (и механическим, и химическим), поэтому такой вид обработки принято называть химико-механическим полированием.

Количество этапов в процессах шлифовки и полировки, состав паст и суспензий, порядок их использования и введение дополнительных операций может значительно отличаться от рассмотренных и часто является предметом авторского права.

Например, в патентах РФ [4–5] имеются способы обработки подложек из карбида кремния, в которых после резки кристаллов карбида кремния на пластины операции шлифовки и полировки проводятся в 5 этапов. В патенте [4] первым этапом является двусторонняя шлифовка свободным абразивом с алмазным зерном М 40/28; вторым – доводочная шлифовка алмазной пастой АС 10/7; третьим – полировка алмазной пастой АС 3/2; четвертым – полировка в суспензии на основе силиказолей (SiO_2). После очистки химическим и гидромеханическим способом пластины сушат и – на пятом этапе – отжигают в вакууме при температуре 800–1 200 °С. В патенте [5] тех же авторов изменены четвертый

и пятый этапы: четвертый включает нанополіровку суспензией, содержащей «детонационные» наноалмазы с размером зерна 1 мкм; на пятом проводится нанополіровка суспензией на основе силиказолей, не содержащих твердых абразивных частиц. Такой вид обработки, согласно утверждению авторов, позволяет получить поверхности SiC пластин с шероховатостью $< 0,5$ нм.

Отличительной особенностью карбида кремния наряду с очень высокой твердостью является высокая химическая инертность в сочетании с достаточно высокой хрупкостью. Именно поэтому на заключительном этапе обработки пластин карбида кремния необходимо использовать такие абразивы и такие режимы полирования, при которых обеспечивается малая шероховатость поверхности ($< 0,5$ нм), отсутствие дефектов на поверхности и приповерхностном слое, а также достаточно высокая скорость удаления материала.

Для решения этой задачи при подготовке пластин карбида кремния к эпитаксиальному осаждению пленок различные авторы предлагают разные подходы.

В работе [2] в качестве абразивного материала использовалась спрессованная в виде диска смесь из Cr_2O_3 и акрилонитрила (1:1). Диск прижимался к пластине SiC под давлением 0,34 МПа и имел относительную скорость вращения 0,5 м/с. Данный способ позволил получить скорость обработки Si-границы 1,5 мкм/ч, а C-границы – 0,35 мкм/ч. Качество обрабатываемой поверхности при этом является более высоким, чем при полировке алмазными абразивами с размерами зерна 0,5 мкм (сравнимыми с размером зерна Cr_2O_3).

В работе [14] проведено сравнение различных абразивных материалов применяемых при химико-механическом полировании карбида кремния (табл. 3).



Химико-механическое полирование карбида кремния различными абразивами
Chemical-mechanical polishing silicon carbide with different abrasives

Абразив	Скорость обработки	Качество
Алмазная паста (размер зерна – 1 мкм)	2–2,25 мкм/ч	Поверхность оптически гладкая. Нарушенный слой составляет 50–70 нм
Si_2O_3	С-грань – 3–3,5 мкм/ч	С-грань оптически гладкая
Коллоидный раствор диоксида кремния (размер зерна – 0,06–0,07 мкм; расход пасты – 500 мл/ч)	1) pH·10, КТ, действие минимальное; 2) pH·11, КТ, < 0,1 мкм/ч; 3) pH·10,55 °С, < 0,1 мкм/ч; 4) pH·11,55 °С, < 0,2 мкм/ч	КТ – комнатная температура; в случаях 3 и 4 дефектов на поверхности не обнаружено

При использовании на заключительном этапе полировки карбида кремния обычной суспензии на основе коллоидного кремнезема (SiO_2) получаются очень низкие скорости удаления материала ~ 0,1–0,15 мкм/ч. В связи с этим для удаления даже небольшого нарушенного слоя в 1–1,5 мкм требуется > 10 ч. Для уменьшения времени обработки необходимо увеличить как механическую, так и химическую составляющие скорости удаления материала при сохранении высокого качества поверхности.

Авторы работы [8] предлагают вводить в коллоидную суспензию на основе SiO_2 определенное количество наноразмерного алмазного абразива с размером зерна ~ 0,1 мкм, что позволяет увеличить скорость удаления материала почти в 6 раз. При этом шероховатость поверхности на площади 100x100 мкм составляет 0,55 нм. Авторы также предлагают дополнительно вводить в состав суспензии на основе SiO_2 окислитель (например, гипохлорид натрия), что позволяет увеличить скорость удаления материала до 0,92 мкм/ч при средней шероховатости на той же площади ~ 0,52 нм. Окислитель обеспечивает образование на поверхности карбида

кремния окиси кремния и последующего «мягкого» удаления слоя окисла без поверхностных повреждений пластин SiC. Существенным моментом в результатах, представленных в работе [Там же], является то, что эти данные получены при исследовании химико-механического полирования полуизолирующего 6H-SiC, который использовался в качестве подложек для получения эпитаксиальных пленок GaN.

Для обеспечения высокого качества поверхности подложки SiC важно не только правильно выбрать состав суспензии, ее pH, температуру, но и режимы финишной полировки: скорость вращения и вид материала полировальника, а также давление. Перечисленные условия полирования, в свою очередь, зависят от режимов обработки на предыдущих этапах, а именно от размеров зерна и материала абразива.

Исследуя процессы полирования полупроводникового 6H-SiC со стороны Si-плоскости (0001), авторы работы [7] установили, что процесс химико-механического полирования подложек 6H-SiC с помощью обычной коллоидной суспензии на основе кремнезема (SiO_2) является селективным по отношению к царапинам и приповерхностным де-

фектам. Они проводили полирование коллоидным кремнеземом с размером зерна 60 нм и pH = 11 при комнатной температуре после механического полирования алмазной суспензией с размером зерна 0,5 мкм, которое оставило на поверхности 6H-SiC царапины и приповерхностные дефекты. Химико-механическое полирование проводилось на полировальной установке «DE-DC1 Strasbough» при скорости вращения полировальника 70 об./мин и давлении на перфорированное устройство с мягкой прокладкой 5 psi, или 345 г/см². Скорость удаления материала была низкой (~ 20 нм/ч), поэтому процесс удаления приповерхностных повреждений и царапин происходил медленно, а из-за селективности, по мнению авторов, требовалось еще большее время. После 16 ч химико-механического полирования на поверхности 6H-SiC все еще можно было наблюдать повреждения с помощью атомно-силового и просвечивающего электронного микроскопов.

Более оптимистические результаты полирования 4H-SiC и 6H-SiC приводятся в работе [9]. Авторы сообщают, что они достигли высокой производительности полирования пластины карбида кремния, обеспечив высокую плоскостность и незначительные поверхностные повреждения. Процесс обработки происходил в 3 этапа и занимал ~ 200 мин. После резки проволоками образцы шлифовались на алмазном круге в течение 15 мин для удаления нарушенного слоя, образованного в процессе резки, и обеспечения плоскостности и плоскопараллельности. Второй этап – доводка, или предварительная полировка, с помощью алмазных абразивов в течение 90 мин. Третий – 95-минутное химико-механическое полирование с помощью обычной коллоидной суспензии на основе кремнезема (SiO₂). В результате такой обработки авторы получили пластины SiC со среднеквадратичным значением шероховатости 0,08–0,012 нм на пло-

щади 10 мкм². К сожалению, в работе отсутствуют более детальные сведения о параметрах каждого этапа обработки, а только утверждается, что «высокая производительность, при хорошем качестве, обеспечивалась за счет оптимизации каждого этапа», но не сообщаются условия оптимизации.

В работе [11] приведены результаты исследования процессов подготовки поверхности подложек 6H-SiC для эпитаксиального роста пленок 6H-SiC, в процессе которого было установлено, что дефекты поверхности подложки, в том числе царапины, выступы и углубления (шероховатость), полностью передаются в эпитаксиальную пленку. Для устранения данных дефектов авторы предлагают проводить заключительные этапы обработки следующим образом: после шлифовки применять обычное химико-механическое полирование коллоидной суспензией на основе кремнезема (SiO₂), а затем травление в потоке водорода, которое осуществляется в том же реакторе, где производилось эпитаксиальное выращивание пленок 6H-SiC. Химико-механическое полирование проводится при скорости вращения полировальника 150 об./мин под давлением груза коллоидной суспензии кремнезема, высота которой над поверхностью является постоянной. Время полирования варьировалось от 10 до 120 мин. Травление в атмосфере H₂ производилось при температурах 1 300, 1 500 и 1580 °C в течение 10 и 20 мин. Как показали исследования с помощью атомного силового и просвечивающего электронного микроскопов высокого разрешения, наилучшие результаты были получены при химико-механическом полировании в течение 120 мин и травлении в водороде при 1 500 °C в течение 10 мин. По утверждению авторов, они получили чистую поверхность без дефектов со среднеквадратичной поверхностной шероховатостью 0,713 нм на площади 10x10 мкм. Шероховатость эпитаксиальной пленки



выращенной на такой подложке составила 0,489 нм на площади 10x10 мкм.

В работе [10] представлены сравнительные результаты исследований полирования полуизолированных пластин 4Н-SiC и 6Н-SiC. Усовершенствования, предложенные авторами, во многом совпадают с ранее рассмотренными улучшениями химико-механического полирования SiC, однако результаты исследований даны в этой работе более детально и полно.

Процесс обработки пластин 4Н-SiC и 6Н-SiC включал следующие этапы:

1. Резка пластин проволоками.
2. Шлифовка алмазными пастами с размером зерна 3 мкм на медном полировальнике (скорость вращения – 60 об./мин, давление – 400 г/см²).
3. Полировка с помощью алмазной суспензии с размером зерна 0,5 мкм на полировальнике с мягкой нейлоновой тканью.
4. Финишная полировка, выполненная в четырех различных вариантах: первый вариант – полировка коллоид-

ной суспензией на основе SiO₂; второй – полировка алмазной суспензией с размером зерна 0,1 мкм; третий – полировка коллоидной суспензией на основе SiO₂ с добавлением окислителя; четвертый – полировка с помощью специальной комбинированной суспензии на основе коллоидного кремнезема с добавлением субмикронного алмаза с особой формой зерна.

Во всех вариантах финишной полировки скорость вращения полировального диска была равна 60 об./мин, а давление на пластины – 300 г/см². Полное время обработки составило ~ 5 ч, из которых ~ 1,5 ч было затрачено на финишную полировку.

На всех образцах, обработанных приведенными выше способами, измерялись глубина нарушенного слоя *h*, параметры шероховатости Ra, Rq, Rt, т. е. среднеарифметическое и среднеквадратичное значение шероховатости и максимальная высота профиля, а также скорость удаления материала (СУМ). Суммарные результаты измерений представлены в табл. 4.

Таблица 4

Table 4

Сравнение методов финишной полировки SiC
Comparison of methods of finish polishing SiC

Параметр	Размерность	ХМП	100 нм алмаз	ХМП, обогащенный окислителем	ХМП+алмаз
СУМ	мкм/ч	< 0,1	0,5	0,2	0,9
Ra	нм	0,47	0,44	0,56	0,59
Rq	нм	0,72	0,56	0,7	0,74
Rt	нм	4,79	4,47	5,05	5,67
h	нм	10,56	27,58	10,47 (4Н-SiC)	20,17

Как видно из табл. 4, чистое химико-механическое полирование дает очень хорошие результаты по параметрам поверхностного повреждения (Ra, h), однако скорость удаления материала очень мала – < 0,1 мкм/ч.

Полирование с помощью суспензии на основе чистого алмаза с размером зерна 100 нм дает существенно более высокие скорости удаления материала (~ 0,5 мкм/ч) и сопоставимые с ХМП параметры шероховатости.

Однако этот вариант оставляет на поверхности пластины царапины, а глубина приповерхностного повреждения больше, чем в других вариантах обработки пластин.

Коллоидная суспензия на основе кремнезема (SiO_2), обогащенная окислителем (например, гипохлоридом натрия), дает в 2 раза большие скорости удаления материала ($\sim 0,2$ мкм/ч), и удовлетворительные значения приповерхностных повреждений (R_a , R_q , R_t , h). Однако использование данной суспензии сопряжено с определенными трудностями, поскольку гипохлорид натрия нестабилен в коллоидной суспензии и имеет тенденцию к быстрому высыханию.

Гибридная суспензия на основе кремнезема и алмаза (ХМП+А):СМР-D (англ.) дает более высокие скорости удаления приповерхностного слоя ($\sim 0,9$ мкм/ч), приемлемые параметры шероховатости и глубины нарушенного слоя. Для уменьшения шероховатости авторы [Там же] предлагают оптимизировать давление на полировальник. Кроме того, при использовании гибридной суспензии авторы *не наблюдали царапин на поверхности*, несмотря на использование алмаза, но глубина нарушенного слоя была \sim в 2 раза больше, чем при обычном химико-механическом полировании.

Во всех рассмотренных вариантах финишной обработки пластин карбида кремния воздействие на поверхность было или механическим (в случае использования алмазного абразива), или химико-механическим (во всех остальных случаях), поэтому достигнутые минимальные значения шероховатости ($\sim 0,4$ нм) при скорости удаления материала $0,1-0,2$ мкм/ч, возможно, являются предельными для этих методов полирования.

В заключение отметим, что классические методы обработки монокристаллов полупроводников (резка, шлифовка и полировка) применимы также для монокристаллов карбида кремния, однако требуют адаптации, учитывающей особые свойства материала.

Наиболее важными для качества обработки являются ее заключительные этапы (полировка, очистка).

На заключительных этапах обработка пластин карбида кремния имеет химико-механическую и чисто химическую природу, что позволяет получать пластины высокого качества с шероховатостью $\sim 0,4$ нм, однако при этом требуются большие затраты времени.

Для увеличения скорости обработки пластин карбида кремния ведется совершенствование существующих методов и разработка методов на основе новых принципов, включая использование нанотехнологий.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Влияние механической обработки на структуру поверхности монокристаллов карбида кремния / Н. И. Долотов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 1986. – № 4. – С. 69–71.
2. Мазель, Е. З. Планарная технология кремневых приборов / Е. З. Мазель, Ф. П. Пресс. – Москва : Энергия, 1974. – 410 с.
3. Обработка полупроводниковых материалов / В. И. Карбань [и др.] ; под ред. Н. В. Новикова, В. Бертольди. – Киев : Наукова думка, 1982. – 256 с.
4. Патент Российская Федерация, H01L 21/304. Способ изготовления нанополированных пластин карбида кремния. – № 234544262, опубл. 06.12.2008.
5. Патент Российская Федерация, H01L 21/304. Способ предэпитоксимальной обработки полированных подложек из карбида кремния. – № 2345443, опубл. 20.06.2008.
6. Фост, Дж. Травление карбида кремния / Дж. Фост // Травление полупроводников : сб. науч. тр. – Москва : Мир, 1965. – 265 с.



7. Selectivity and residual damage of colloidal Silica chemi-mechanical polishing of silicon carbide / J. R. Grim [et al.] // Materials Science Forum : Silicon Carbide and Related Materials. – 2006. – Vol. 527–529. – pp. 1095–1098.

The selectivity, material removal rate, and the residual subsurface damage of colloidal silica (CS) chemi-mechanical polishing (CMP) of silicon carbide substrates was investigated by using atomic force microscopy (AFM) and plan view transmission electron microscopy (TEM). Silica CMP, in most process conditions, was selective. In the damage region surrounding remnant scratches, the vertical material removal rate exceeded the planar material removal rate, which resulted in an enhancement of the scratches over the duration of the polishing process.

8. Chemi-Mechanical Polishing of on – axis Semi-insulating SiC Substrates / V. D. Heydemann [et al.] // Materials Science Forum : Silicon Carbide and Related Materials. – 2003. – Vol. 457–460. – pp. 805–808.

9. High throughput SiC water polidhing with good surface morphology / T. Kato [et al.] // Materials Science Forum : Silicon Carbide and Related Materials. – 2006. Vol. 556–557. – pp. 753–756.

10. Augmented CMP Techniques for Silicon Carbide / P. Kuo, J. Currier // Materials Science Forum : Silicon Carbide and Related Materials. – 2006. – Vol. 527–529. – pp. 1099–1102.

11. Surface preparation of 6H-SiC substrates for growth of high quality SiC epilayer / K. S. Lee [et al.] // Materials Science Forum : Silicon Carbide and Related Materials. – 2003. – Vol. 457–460. – pp. 797–800.

12. **Kihuchi, M.** Mechanochemical polishing of Silicon Carbide single crystal Chromium (III) Oxide abrasive / M. Kihuchi, Ya. Takahashi, T. Suga // Jour. Am. Ceram. Soc. – 1992. – Vol. 751. – pp. 189–193.

13. Characterisation of polishing : Related Surface Damage in (0001) Silicon Carbide Substrate / W. Qiour [et al.] // Jour. Electrochem. Soc. – 1995. – Vol. 142, no. 12. – pp. 4290–4293.

14. **Zhou, L.** Chemomechanical Polishing of Silicon Carbide / L. Zhou, V. Audurier, I. A. Powell // Jour. Electrochem. Soc. – 1997. – Vol. 144, no. 6. – pp. 161–165.

Поступила 30.07.2015 г.

Об авторе:

Ивенин Станислав Васильевич, доцент кафедры электроники и нанoeлектроники факультета электронной техники ФГБОУ ВПО «Мордовский государственный университет им. Н. П. Огарёва» (Россия, г. Саранск, ул. Большевикская, д. 68), кандидат технических наук, **ORCID: orcid.org/0000-0001-7468-1425**, siven38@mail.ru

Для цитирования: Ивенин, С. В. Обработка пластин монокристаллического карбида кремния / С. В. Ивенин // Вестник Мордовского университета. – 2015. – Т. 25, № 4. – С. 37–50. DOI: 10.15507/0236-2910.025.201504.037

REFERENCES

1. Dolotov N. I., Levchuk B. I., Makarov V. V., Tayrov Yu. M., Tsvetkov V. F. Vliyanie mekhanicheskoy obrabotki na strukturu poverkhnosti monokristalla karbida kremniya [Impact of mechanical processing on surface structure of single silicon carbide crystal]. *Fizika i khimiya obrabotki materialov* [Physics and chemistry for materials processing], 1986, no. 4, pp. 69–71.

2. Mazel Ye. Z., Press F. P. Planarnaya tekhnologiya kremniyevykh priborov [Planar technology of silicon-based hardware]. Moscow: Energiya Publ., 1974, 410 p.

3. Karban V. I., Kay P., Rogov V. V., Hofman H. [et al.]. Obrabotka poluprovodnikovyykh materialov [Semiconductor materials processing]. Kiyev: Naukova dumka Publ., 1982, 256 p.

4. Sposob izgotovleniya nanopolirovannykh plastin karbida kremniya [Method of production of nano-polished silicon carbide plates]. Pat. RF, no. 234544262, H01L 21/304, 06.12.2008.

5. Sposob predepitaksialnoy obrabotki polirovannykh podlozhek iz karbida kremniya [Method of pre-epitaxial processing of polished silicon carbide substrates]. Pat. RF no. 2345443, H01L 21/324, 20.06.2008.



6. Fost J. Travleniye karbida kremniya [Silicon carbide etching process]. Travleniye poluprovodnikov: sb. nauch. tr. [Etching of semiconductors: collected works]. Moscow: Mir Publ., 1965, 265 p.

7. Grim J. R., Skowronski M., Everson W. J., Heydemann V. D. Selectivity and residual damage of colloidal Silica chemi-mechanical polishing of silicon carbide. Materials Science Forum. Silicon Carbide and Related Materials, 2006, vol. 527–529. – pp. 1095–1098.

The selectivity, material removal rate, and the residual subsurface damage of colloidal silica (CS) chemi-mechanical polishing (CMP) of silicon carbide substrates was investigated by using atomic force microscopy (AFM) and plan view transmission electron microscopy (TEM). Silica CMP, in most process conditions, was selective. In the damage region surrounding remnant scratches, the vertical material removal rate exceeded the planar material removal rate, which resulted in an enhancement of the scratches over the duration of the polishing process.

8. Heydemann V. D., Everson W. J., Gambi R. D., Snyder D. W., Skowronski M. Chemi-Mechanical Polishing of on – axis Semi-insulating SiC Substrates. Materials Science Forum. Silicon Carbide and Related Materials, 2003, vol. 457–460. – pp. 805–808.

9. Kato T., Wada K., Hozomi E., Taniguchi H., Miuza T., Nishizawa S., Arai K. High throughput SiC water polishing with good surface morphology. Materials Science Forum. Silicon Carbide and Related Materials. 2006, vol. 556–557. – pp. 753–756.

10. Kuo P., Currier J. Augmented CMP Techniques for Silicon Carbide. Materials Science Forum. Silicon Carbide and Related Materials, 2006, vol. 527–529, pp 1099–1102.

11. Lee K. S., Lee S. H., Kim M., Nahm K. S. Surface preparation of 6H-SiC substrates for growth of high quality SiC epilayer. Materials Science Forum. Silicon Carbide and Related Materials, 2003, vol. 457–460, pp. 797–800.

12. Kihuchi M., Takahashi Ya., Suga T. Mechanochemical polishing of Silicon Carbide single crystal Chromium (III) Oxide abrasive. Jour. Am. Ceram. Soc. 1992, vol. 751, pp. 189–193.

13. Qiour W., Skawronski M., Augustine R. C., Glass M. Characterisation of polishing – Related Surface Damage in (0001) Silicon Carbide Substrate. Jour. Electrochem. Soc., 1995, vol. 142, no. 12, pp. 4290–4293.

14. Zhou L., Audurier V., Powell I. A. Chemomechanical Polishing of Silicon Carbide. Jour. Electrochem. Soc., 1997, vol. 144, no. 6, pp. 161–165.

Submitted 30.07.2015

About the author:

Ivenin Stanislav Vasilyevich, associate professor of chair of Electronics and Nano-electronics of Oga-rev Mordovia State University (68, Bolshevistskaya str., Saransk, Russia), Ph.D. (Engineering), **ORCID:** <http://orcid.org/0000-0001-7468-1425>, siven38@mail.ru

For citation: Ivenin S. V. Monocrystalline silicon carbide wafers processing. *Vestnik Mordovskogo universiteta* [Mordovia University Bulletin]. 2015, vol. 25, no. 4, pp. 37–50. DOI: 10.15507/0236-2910.025.201504.037