

## Рост поликристаллического CVD-алмаза на нанокристаллическом темплейте из пористого анодного окисла алюминия на высокоомной подложке кремния

Е.Н. Куликов, Ю.Ю. Федоров

АО «НПП «Исток» им. Шокина»

**Аннотация:** показана возможность роста CVD-алмаза на нанокристаллическом темплейте из пористого анодного окисла алюминия (АОА) на высокоомной подложке кремния. Пористые нано-структурированные слои АОА формируют методом электрохимического (анодного) окисления алюминия в водных растворах кислот. Поры в слоях АОА представляют собой самоорганизованный ансамбль с концентрацией пор  $\sim 10^{12}$  см<sup>-2</sup> и диаметром, изменяющемся в диапазоне от  $\sim 10$  до  $\sim 150$  нм за счет изменения анодного напряжения. Установлено, что поверхность темплейта из структурированного АОА является зародышеобразующей для роста пленок CVD-алмаза. Полученные пленки CVD-алмаза имеют повышенную адгезию к подложке, выдерживают многократные циклы изменения температуры и пригодны для создания высоконадежных электронных приборов.

**Ключевые слова:** CVD-алмаз, плёнка, поликристалл, пористый анодный окисел алюминия, АОА, рост, адгезия.

Благодаря своим уникальным свойствам поликристаллический CVD - алмаз перспективен, в частности, для использования в компонентах пассивной электроники (высокоэффективные теплоотводы и различные изделия на теплоотводах: резисторы, нагрузки, аттенюаторы, линии задержки и т.д.) [1].

Несмотря на очевидные достоинства, применение поликристаллического алмаза в электронике сдерживается отсутствием материала требуемого качества и несовершенством технологических процессов роста.

Рост пленки поликристаллического CVD-алмаза фактически осуществляется СВЧ-активацией газовой смеси метана и водорода. С целью облегчения и ускорения процесса формирования центров кристаллизации алмазной пленки на начальной стадии ее роста в качестве заправки используют нанокристаллы алмаза, которыми «засевают» поверхность подложки, что приводит к увеличению плотности центров зарождения алмазной пленки и их более однородному распределению по поверхности подложки. В качестве подложки обычно используют пластины монокристаллического кремния [1]. Рост инициируется нанокристаллами алмаза, и выращенная пленка, таким образом, не имеет никакого предшествующего кристаллографического направления

Критическим моментом технологии является слабая адгезия выращенной пленки CVD-алмаза с подложкой.

В работе показана возможность роста CVD-алмаза на нанокристаллическом темплейте из пористого анодного окисла алюминия (АОА) на высокоомной подложке кремния.

Пористые нано-структурированные слои АОА формируют методом электрохимического (анодного) окисления алюминия в водных растворах кислот. Поры в слоях АОА представляют собой самоорганизованный ансамбль с

концентрацией пор  $\sim 10^{12} \text{ см}^{-2}$  и диаметром, изменяющемся в диапазоне от  $\sim 10$  до  $\sim 150$  нм за счет изменения анодного напряжения [2-5].

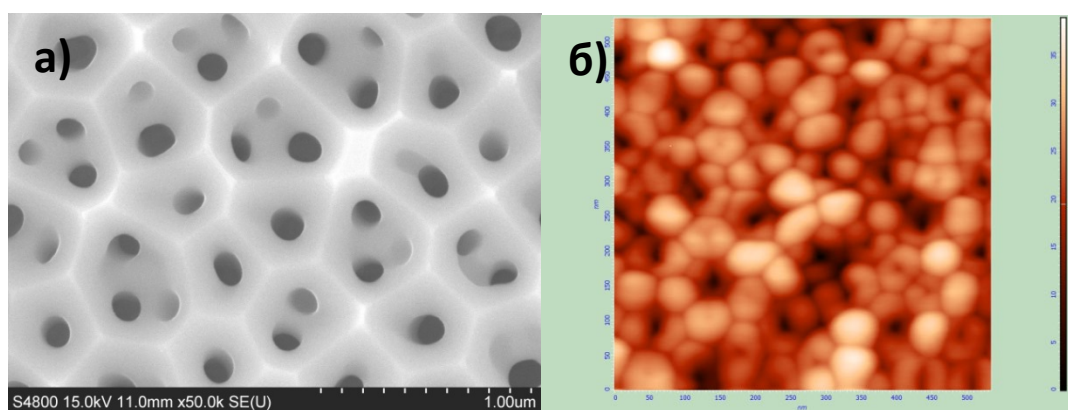
Формирование тонких слоев пористого АОА непосредственно на поверхности полупроводника, в частности кремния, осложнено возникновением на границе раздела «слой-подложка» (Al/Si) механических напряжений и дефектов, приводящих в процессе электрохимического анодирования к формированию шунтов, локальному разогреву, неравномерному травлению и отслоению пленки алюминия от подложки [6].

При формировании слоев АОА на высокоомных (изолирующих) кремниевых подложках дополнительно возникают дефекты, обусловленные тем, что анодное окисление в этом случае сопровождается окислением самого анодного электрода и, на завершающей стадии, разбиением электрода на электрически изолированные области неокисленного алюминия на границе АОА-высокоомная подложка.

В данной работе мы использовали технологию окисления тонких пленок алюминия на высокоомных подложках кремния, разработанную в [7]. Слои АОА формируют в водном растворе (1.5 М) щавелевой кислоты в два этапа: на первом этапе формируется слой плотного оксида, после локального пробоя которого, на втором этапе проводится окончательное окисление пленки. На этом этапе окисление алюминия происходит не только в направлении нормали к поверхности пленки, но и в латеральном (боковом) направлении, что сопровождается постепенным расширением области окисленного анода от центра к периферии без образования областей неокисленного алюминия на границе АОА-изолятор.

Для создания пленки АОА использовались подложки кремния ориентации (100) и диаметром 57 мм, на поверхность которых методом термического напыления в вакууме (не хуже  $5 \times 10^{-4}$  Па) при температуре  $150^\circ\text{C}$  были нанесены слои алюминия толщиной 2,0 мкм. Анодное окисление проводили в 1,5 М водном растворе щавелевой кислоты при напряжении анода (50-70) В.

Изображение поверхности такого нанокристаллического темплейта из пористого АОА, полученное на растровом электронном микроскопе и на атомно-силовом микроскопе представлено на рисунке 1 (а, б). Анализ топологии поверхности показал наличие регулярно самоорганизованного ансамбля с периодом (110÷120) нм, диаметром пор (40÷60) нм и с ориентированной наноморфологической поверхностью.



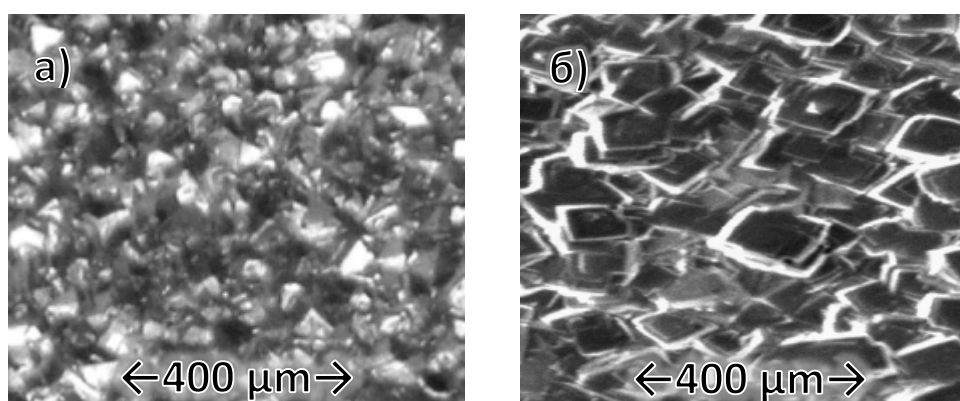
**Рисунок 1.** Изображение поверхности темплейта из пористого АОА, полученное на растровом электронном (а) и атомно-силовом (б) микроскопах.

Пленки CVD-алмаза толщиной 400 мкм выращивались при одинаковых режимах роста в установке АSTeX на нанокристаллическом темплейте из пористого АОА и на кремниевой подложке с засевом нанокристаллами алмаза. Скорость роста CVD-алмаза

составляла 5 мкм/час. В отличие от пленок поликристаллического алмаза, выращенных на подложках с «засевом», поверхность пленок, выращенных на темплейте, имеет четко выраженное кристаллографическое направление (100) и крупные кристаллические зерна размером (150-200) мкм

На рисунке 2 представлены фотографии поверхностей пленок поликристаллического алмаза, выращенных на кремниевой подложке с «засевом» (рисунок 2 (а)) и на поверхности нанокристаллического темплейта из пористого АОА (рисунок 2 (б)).

В отличие от пленок, выращенных на кремниевых пластинах с «засевом», поверхности алмазных пленок на модифицированной окиси алюминия показали четко выраженное (100) кристаллографическое направление и масштабные, (150-200) мкм, кристаллические зерна.



**Рисунок 2.** Изображение поверхности CVD-алмаза, полученное методом электронной микроскопии

Дополнительные исследования показали, что начальная стадия роста CVD-алмаза может быть связана с проникновением углерода внутрь пор с последующим образованием тонкого аморфного подслоя.

Таким образом, поверхность темплейта из структурированного АОА является зародышеобразующей для роста пленок CVD-алмаза на диэлектрических и полупроводниковых подложках.

Полученные пленки CVD-алмаза имеют повышенную адгезию к подложке, выдерживают многократные циклы изменения температуры и пригодны для создания высоконадежных электронных приборов.

#### Список литературы

1. May P. W. Diamond thin films: a 21st-century material// *Phil.Trans.Royal Soc.Lond. A* 358 473-495 (2000)/
2. Masuda H., Abe A., Nakao M. et al. Ordered mosaic nanocomposites in anodic porous alumina // *J. Adv. Mater.* 2003. № 15(2). P. 161-164.
3. Shingubara S. Fabrication of nanomaterials using porous alumina templates.// *J. Nanoparticle Research.* 2003. V.5. N.1-2. P. 17-30.
4. Crouse D., Lo Y.-H., Miller A.E., Crouse M. Self-ordered pore structure of anodized aluminum on silicon and pattern transfer // *Applied Physics Letters.* 2000. V. 76. № 1. P. 49-51.
5. Yang S.G., Li T., Huang L.S. et al. Stability of anodic aluminum oxide membranes with nanopores // *Physics Letters. A.*2003. V. 318. № 4-5. P. 440-444.
6. Zimina T. M., Muratova E. N., Spivak Ju. M., Drozd V. E., Romanov A. A. The technology of formation and application of nanolayers and nanoporous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> compositions for micro- and nanotechnology//*Nano-i mikrosistemnaja tehnika.* 2012. N. 12. P. 15-24.
7. Dukhnovsky M.P., Vedeneev A.S. et al. Nanostructured layers of anodic aluminum oxide on insulating substrates//*Journal of Communications Technology and Electronics,* 2012, Vol. 57, No. 1, pp. 91-94.