УДК 621.382 EDN: UMURPJ

## Особенности полировки алмазов в различных кристаллографических плоскостях для изделий микроэлектроники специального назначения

## Е.Б. ШЕРШНЕВ, А.Н. КУПО

В статье представлены результаты исследования поверхности алмазных компонентов электронных приборов, полученные методом механической полировки. Выявлены особенности механической обработки указанных поверхностей в различных кристаллографических направлениях. Представлены результаты экспериментального исследования методом электронной и атомно-силовой микроскопии. Показано, что частицы, появляющиеся при полировке природных алмазов в направлении [100] на поверхности (100) состоят из менее плотных форм углеродных кластеров. Кроме того показано, что при полировке природных алмазов в «мягких» направлениях происходит процесс трансформации алмаза в менее плотные фазы углерода, после чего трансформированный материал сравнительно легко отделяется, при этом скорость обработки возрастает в 3–4 раза. Сформулированы предложения по выбору обрабатывающего инструмента и методикам полировки готовых изделий.

**Ключевые слова:** изделия микроэлектроники, износ алмаза трением, кристаллографические плоскости и направления.

The article presents the results of the study of the surface of diamond components of electronic devices obtained by mechanical polishing. The features of mechanical treatment of these surfaces in various crystallographic directions are revealed. The results of an experimental study by electron and atomic force microscopy are presented. It has been shown that the particles that appear when polishing natural diamonds in the direction of [100] on the surface (100) consist of less dense forms of carbon clusters. In addition, it is shown that when polishing natural diamonds in «soft» directions, the process of transformation of the diamond into less dense phases of carbon occurs, after which the transformed material is relatively easy to separate, while the processing speed increases by 3–4 times. The proposals are formulated for the choice of machining tools and methods of polishing finished products.

**Keywords:** microelectronics products, diamond wear by friction, crystallographic planes and directions.

Введение. Алмаз используется в качестве теплоотводящих оснований для изделий высокотемпературной электронной техники, применяется в изделиях специальной электроники, преобразователей УФ-излучения в системах космического видеонаблюдения, подложек для эпитаксиального наращивания полупроводниковых монокристаллических слоев для СВЧ-транзисторов, оптических окон для источников мощного излучения, звукопроводов акустоэлектронных устройств [1]–[7]. Разработка и внедрение высокоэффективной технологии и оборудования для обработки алмазов в производстве компонентов электронной техники требуют высокого качества механической обработки (например, производительной шлифовки и полировки), изучения закономерностей влияния изотропии и анизотропии модификаций углерода (в частности, алмаз и графит) на эти процессы. Методом плоского шлифования и полирования поверхности в том числе изготавливаются следующие виды инструмента: иглы в виде четырехгранной пирамиды для правки абразивных кругов; резцы для скрайбирования; наконечник пирамидальный для определения микротвердости и прочий технологический инструмент из алмаза в производстве электронных компонент.

Алмаз является наиболее твердым из известных материалов, и его обработка производится уникальными методами с использованием специального оборудования. Традиционно он обрабатывается на чугунной планшайбе (диск, диаметром 300 мм), на которой сформированы зоны для шлифовки и полировки сырья из различных зерновых фракций алмазного порошка. Общий вид установки и алмазного диска представлены на рисунке 1 [8].



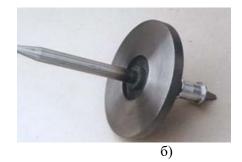


Рисунок 1 – Общий вид установки для обработки плоских поверхностей (а) и алмазного диска (б)

Диск вращается с частотой 50–65 Гц. Относительная скорость диска и алмазного образца составляет величину порядка 30 м/с. Линейные размеры фракций алмазного порошка могут варьироваться в достаточно широких пределах от 1 мкм до 50 мкм.

На установке применяется устройство (см. рисунок 2), позволяющее использовать рычаг баланса 1 для уменьшения трения вокруг горизонтальной оси алмазного диска 2 при обработке за счет изменения давления на алмаз. Это устройство 3 закреплено на окончании рычага, которое осуществляет вращательное движение посредством электродвигателя 4 при обработке с максимальной угловой скоростью 1600 рад/с.

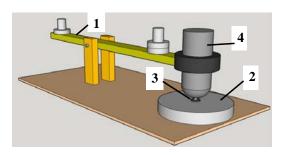


Рисунок 2 – Общая схема шлифующего устройства

Принципиальная особенность полировки природных алмазов – высокая анизотропия величины износа: она может достигать двух порядков в зависимости от ориентации кристаллографических плоскостей при полировке. Для оценки износа определена зависимость изменения массы природных алмазов от времени обработки. Алмаз шлифовался вдоль основных поверхностей, но угол азимута направлений полировки менялся. Механизм полировки интерпретировался в рамках процесса микрослоистости, и показал зависимость величины съёма материала от кристаллографической ориентации относительно полируемой поверхности. Как известно, алмаз легко раскалывается вдоль по плоскости (111) [9], поэтому можно сделать вывод, что отслаивание на микроуровне преимущественно происходит вдоль этой поверхности. В соответствии с такой моделью в некоторых направлениях алмаз шлифуется более эффективно.

Современные исследования полированных поверхностей показывают, что механизм полировки в разных кристаллографических направлениях не объясняется только в рамках процесса микрослоистости. Микрорельеф поверхности, полируемой в направлении [111] принципиально отличается от той, что полируется в направлении [100].

Целью представленного в данной статье исследования было изучение следов износа на взаимодействующих плоскостях. Исследования проводились посредством атомно-силовой микроскопии (ACM) и растровой электронной микроскопии (PЭM). Анализ состава микрочастиц износа дает информацию о термохимических изменения материала. Если в микрочастицах найдены формы углерода, отличные от исходного материала, следует выяснить, является трансформация частью процесса износа или она происходит после того, как материал отделится от поверхности.

**Объекты и методика исследования.** Различия в химическом составе двух видов алмазных микрочастиц, появляющихся в процессе обработки, важна по следующей причине: если происходит динамическая трансформация, то графит или другие формы углерода следует искать и в микрочастицах как алмазного порошка диска, так и в образца, т. к. в точке

контакта термодинамические условия одинаковы. Но если имеет место только механический процесс, существует возможность, что алмазный порошок не изнашивается также быстро, как и образец (при полировке в «мягком» направлении [100] параллельно грани (110)), т. к. частицы порошка двигаются хаотично в точке контакта. Таким образом, менее вероятно, что алмазный порошок превратится в графит или другую форму углерода.

Эксперимент заключался в смазке шлифовального диска порошком с высоким содержанием азота и полировке природных алмазов типа Іа в относительно «твёрдом» направлении [110] параллельно грани (100). Это было сделано и потому, что количество микроосколков износа, произведенных за определенное время, было намного меньше, чем при полировки в «мягком» направлении (таким образом, уменьшая количество материала, которое могло осесть на диске), и потому, что более «твёрдое» направление в большей мере противостоит частицам порошка на диске, заставляя их быстрее отделяться. Полировка продолжалась до тех пор, пока пыль не была абсорбирована порами диска. На рабочие поверхности диска был нанесён алмазный порошок с высоким содержанием азота.

Процесс изнашивания цилиндрических и конических поверхностей (см. рисунок 3) [8] на монокристаллах искусственного алмаза имеет отличительные особенности по сравнению с процессом изнашивания его плоских поверхностей. Это, прежде всего, наличие на обрабатываемой поверхности кристаллографических плоскостей с различными физикомеханическими свойствами. Кроме того, если при изнашивании плоских поверхностей искусственного алмаза необходимо получение шероховатости высокого класса, то для цилиндрических достаточно обеспечить шероховатость поверхности  $R_a = 0.6 - 1.25$  мкм.



Рисунок 3 – Общий вид установки для обработки цилиндрических и конических поверхностей

Исследования взаимодействия алмазного инструмента с монокристаллом синтетического алмаза показали, что на контролируемых поверхностях обрабатываемого кристалла и алмазного инструмента под действием приложенной нагрузки возникают контактные напряжения и, если их значения превышают прочность алмаза, происходит его разрушение, т. е. изнашивание.

При этом следует учитывать, что вероятность разрушения хрупких кристаллических тел в том или ином направлениях определяется наиболее благоприятным сочетанием плотности их кристаллографических сеток, межплоскостного расстояния и количества разрываемых межатомных связей на единицу поперечного сечения.

Исследовался механизм износа искусственного алмаза при шлифовании различным алмазным инструментом.

Объектами исследования служили монокристаллы искусственного алмаза. В качестве инструмента применяли алмазные круги диаметром 250 мм на металлической (система Cu-Sn) и органической связках. Размер зерен алмазного синтетического порошка составлял 63—40 мкм, 80—63 мкм. Режимы обработки — линейная скорость шлифования 1—2 м/с, ток травления для кругов на металлической связке 2,0—3,0 А для заготовок диаметром 3—4,5 мм. Для сравнения морфологии обрабатываемых поверхностей осуществляли шлифование инструментом на металлической связке (Cu-Sn) с электрохимическим восстановлением (растворением) профиля. После обработок исследовали морфологию поверхности монокристалла искусственного алмаза инструментом на металлической связке (максимальная скорость рас-

творения 160–170 мкм/час, зерно АС-6, 80–63 мкм). Морфология поверхности представляет собой рельеф из параллельно расположенных углублений (царапин) длиной 1–3 мм, глубиной 15–30 мкм, шириной 7–40 мкм. Микрорельеф такой поверхности представлен кратерами размерами 8–2 мкм, глубиной 1–4 мкм. При снижении интенсивности растворения металлической связки происходит изменение морфологии поверхности кристалла: грубый, глубокий рельеф сглаживается. На фоне сглаженного рельефа появляются острые царапины, узкие в начале и расширяющиеся затем с образованием углубления (кратера).

Механизмы изнашивания поверхности алмаза в различных кристаллографических плоскостях. Как было указано ранее, анизотропия свойств синтетических и природных алмазов, проявляющаяся, в частности, в зависимости микромеханических свойств от выбранного направления обработки влияет на износ материал в конкретных кристаллографических направлениях.

На поверхности (100), полированной в направлении [100], появляются выемки, и это значит, что механизм устранения материала является кластерным, как показано на рисунке 4.

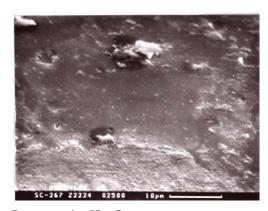


Рисунок 4 – Изображение поверхности, отполированной в направлении [100], полученное методом РЭМ

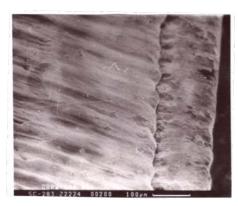


Рисунок 5 — Изображение поверхности отполированной в направлении [110], полученное методом РЭМ

На поверхности, отполированной в направлении [110], наблюдаются гладкие желобки, часто без излома (см. рисунок 5). Это объясняется преобладанием механизма микрослоистости, характерного для направления [111], но этот процесс не единственный, и поэтому, может быть предложен процесс разрыва связей между атомами, возникающий из-за высокого давления, созданного на поверхности.

Следует учитывать также химический износ, включающий образование графита и других аллотропных форм углерода, который происходит на поверхности природных алмазов при полировке, и ведет к удалению материала. В зависимости от скорости относительного перемещения, наряду с описанными механизмами износа, оказывают влияние и термохимические.

При анализе частиц износа в опытах трения обнаружены частицы, представляющие собой различные аллотропные модификации углерода, что однозначно указывает на высокую вероятность фазовых переходов при полировке.

Другая модель механической полировки предполагает термохимический износ, где происходит карбонизация или сгорание при повышении температуры в отдельных точках.

В этой модели полагается, что количество теплоты Q, сообщаемое поверхностному слою в течении времени обработки  $\tau$ , согласно закону Джоуля, является реализацией работы силы трения.

$$Q(t) = A_{mp} = \mu \cdot N \cdot S = \mu \cdot N \cdot v \cdot t, \tag{1}$$

где:  $\mu$  – коэффициент трения, N – сила нормальной реакции опоры, эквивалентная нагрузке на шлифованный диск,  $\nu$  – линейная скорость относительного вращения.

При этом тепловая энергия уводится в объём материала по механизму теплопроводности, согласно закону Фурье (рассматривается одномерный случай).

$$\rho \cdot c \cdot \frac{\partial T(x,t)}{\partial \tau} - div \left( \lambda \cdot grad \left( T(x,t) \right) \right) = \frac{Q(t)}{\sigma}, \tag{2}$$

где: T — термодинамическая температура, x — координата, вдоль которой распространяется тепловая энергия,  $\sigma$  — площадь обрабатываемой поверхности,  $\rho$  — плотность материала, c — теплоёмкость,  $\lambda$  — теплопроводность.

Теоретическая модель, основанная на термохимическом механизме и представляющая собой решение дифференциального уравнения в форме (1), в случае граничных условий второго рода, предсказывает показательную (экспоненциальную) зависимость величины износа ( $\Delta m$ ) от скорости относительного перемещения. Однако эксперимент показывает [9], что величина износа прямо пропорциональна скорости, при этом коэффициент трения  $\mu$  зависит от выбора кристаллографического направления [9]. Поэтому можно полагать, учитывая высокую температуропводность алмаза, что износ материала происходит по линейному закону, согласно уравнению (3):

$$\frac{dQ(t)}{dt} = \frac{dm}{dt} \cdot c \cdot (T_{\phi n} - T) + L \cdot \frac{dm}{dt} = \mu \cdot N \cdot v \tag{3}$$

откуда:

$$\frac{dm}{dt} = \frac{\mu \cdot N}{c \cdot (T_{\phi n} - T) + L} \cdot v. \tag{4}$$

Где:  $\frac{dm}{dt}$  — величина износа,  $T_{\phi n}$  — температура фазового перехода (графитизации или плавления), L — удельная теплота фазового перехода. Представленная теоретическая зависимость (4) имеет графическую интерпретацию, показанную на рисунке 6.

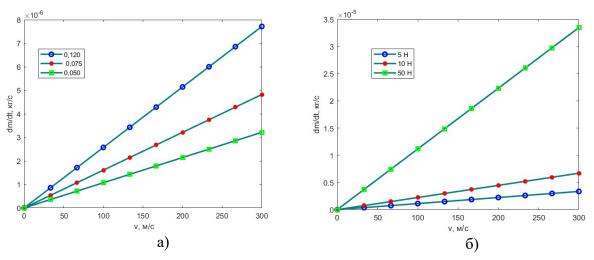


Рисунок 6 – Зависимости износа (кг/с) от скорости v (м/с) в случае обработки в различных кристаллографических направлениях (а) и при различной нагрузке (б)

При этом коэффициент трения  $\mu$  зависит от выбранной грани и направления обработки и варьируется в пределах от 0,12 до 0,05.

Таким образом, удаление материала вызывает химический и механический процессы. Они могут работать одновременно, в зависимости от поверхности и направления полировки.

Обсуждение результатов исследования поверхности алмазов после обработки. Анализ морфологии поверхности инструмента (см. рисунок 7) показывает, что при скоростях растворения металлической связки 120–140 мкм/час поверхность приобретает грубый рельеф.

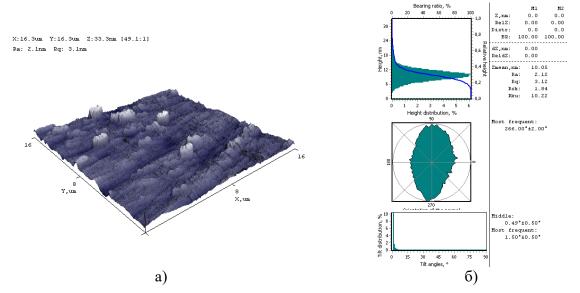


Рисунок 7 – Результаты ACM исследования поверхности инструмента: а – морфология поверхности; б – статистические характеристики нанорельефа

Глубина впадин достигает 100–200 нм. Растворение поверхности сплава неравномерное. Алмазные зерна имеют площадки износа, на поверхности связки имеются углубления (отпечатки) от выкрошившихся зерен. При снижении скорости растворения (30–50 мкм/час) рельеф поверхности связки не меняется. Отпечатков выкрошившихся зерен больше. На зернах, выступающих из связки, имеются площадки износа.

Анализ морфологии поверхности кристалла (см. рисунок 8), обработанного инструментом на органической связке с тем же размером зерен алмазного синтетического порошка, показывает, что рельеф поверхности выражен в меньшей степени. Углубления (царапины) на поверхности кристалла менее глубокие, можно идентифицировать отдельные из них. При повышенных скоростях растворения связки отдельные царапины имеют узкое начало, а заканчиваются углублением. Микрорельеф представлен углублениями размером 102 нм с четко выраженным рельефом. Морфология поверхности алмазоабразивной композиции гладкая, однородная, глубина микрорельефа составляет 3–10 мм. Зерна алмаза имеют, как правило, острые вершины. Наряду с зернами в связке имеются углубления, заполненные несколькими кристаллами (алмаза). Продукты износа состоят из частиц фракции 40–20 мкм (5–10 %), частиц фракции 20–13 мкм (20–30 %), частиц фракции 14–10 мкм (10–15 %). Остальные частицы имеют размеры менее 10 мкм, причем значительная доля частиц фракции до 1 мкм.

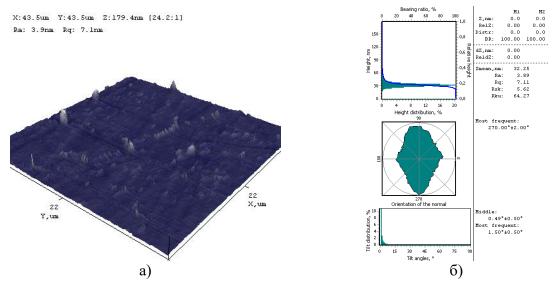


Рисунок 8 – Результаты АСМ исследования поверхности обрабатываемого образца: а – морфология поверхности; б – статистические характеристики нанорельефа

Таким образом, анализ морфологии поверхностей алмазоабразивных композиций на металлической, органической связке, показал изменения характера морфологии кристалла искусственного алмаза в зависимости от скорости износа связки.

Износ поверхности кристалла искусственного алмаза происходит следующим образом. При растворении связки зерно выступает над ее поверхностью и перемещается по кристаллу искусственного алмаза. При достижении определенного давления вершина разрушается (крошится) с образованием площадки износа. Зерно контактирует с поверхностью плоской вершиной.

По мере растворения связки давление на вершину возрастает. Зерно разрушается на несколько осколков размерами 20–1 мкм. Одновременно перемещаясь и соударяясь с поверхностью, зерно с плоской вершиной деформирует поверхность кристалла. Накопление дефектов приводит к выкрошиванию фрагментов размерами 0,1–1 мкм. Об этом свидетельствует микрорельеф поверхности кристалла (выступы и впадины с характерным масштабом 0,1–1 мкм).

Одновременно наблюдается и иной механизм разрушения поверхности кристалла. Зерно при соударении с кристаллом вдавливается в дефектный слой кристалла, постепенно разрушается, формируя расширяющуюся царапину. Затем зерно с плоской вершиной разрушается на несколько частиц, которые сохраняются в связке. Осколки, удерживаемые связкой, также участвуют в износе поверхности кристалла и далее разрушаются. Совокупность таких царапин формирует морфологию поверхности. Чем больше размер зерна (и больше его прочность), тем глубже рельеф, формируемый на поверхности кристалла. Существование на поверхности кристалла царапин с различной морфологией микрорельефа и характерным масштабом элементов 0,1–1 мкм небольшое (5–10 %). Содержание в продуктах износа крупных осколков искусственного алмаза показывает, что износ поверхности кристалла при алмазоабразивной обработке протекает как за счет разрушения (резания) поверхности острой вершиной, так и путем микросколов при соударении плоской вершины с поверхностью кристалла. Варьирование характеристик связки позволяет изменять и морфологию поверхности кристалла.

Различия в механизмах износа алмазоабразивных композиций на органической и металлической связках определяют эксплуатационные характеристики инструмента. Композиции на органической связке способны адаптироваться к изменению условий в обработке (давления шлифования, вибрация), формируют менее глубокий рельеф с менее выраженным дефектным слоем — микротрещины под цилиндрической или конической поверхностью. Удельный расход алмазного порошка несколько больше, чем в композициях на металлической связке (до 20 %) при более высокой (на 25–40 %) скорости шлифования однородных матовых обрабатываемых поверхностей.

Экспериментально установлено, что для получения цилиндрической и конической поверхности при черновой обточке лучше всего использовать круги на органической связке с размером зерна алмазного порошка 63/40, при этом шероховатость поверхности после обработки  $R_{\rm a}=2,5-5$  нм. Для получистовой обточки необходимо использовать круги на органической связке с размером зерна 20/14, при этом шероховатость обработанной поверхности –  $R_{\rm a}=0,8-1,6$  нм.

Специальный шлифовальный диск изготавливается из стали 40 или стали 45. Рабочее полотно специального шлифовального диска состоит из двух рабочих зон. Периферийная зона футерована текстолитовым материалом шириной до 60 мм в рабочей зоне шлифовального диска; вторая зона, расположенная ближе к центру — из стали корпуса. Специальный шлифовальный диск притираетя карбидом кремния N8 и шаржируется алмазным порошком АСН 7/5 на клеевой связке БФ-6.

Проводилось определение оптимальных параметров нагрузки при обработке цилиндрических и конических поверхностей алмаза. Обработка кристаллов проводилась на полуавтомате круглошлифовальном модели ЛЗ-270, оснащенном ваттметром для замера нагрузок задаваемых обдирочным кругом на обрабатываемый кристалл. Задавалась нагрузка от 6,88–10,2 Н.

Произведена оценка качества обработанных поверхностей искусственного алмаза образцов № 1 (нагрузка 7,2 H), № 2 (нагрузка 8,3 H), № 3 (нагрузка 9,7 H) методом АСМ и методом микропрофилирования. Установлено, что оптимальным является технологический режим с нагрузкой  $\sim$  8,3 H.

Результаты, представленные выше, показывают, что в ходе полировки происходит химическая фазовая трансформация. Но следует учитывать и такую возможность, что во время полировки происходит механическое отделение материала алмаза, который впоследствии превращается в другие формы углерода.

Заключение. Проведённые исследования показывают, что при механической обработке от алмаза отделяются частицы, состоящие из аллотропных модификаций углерода (графит, о. и β-карбины и пр.). Это указывает, что полировка происходит за счёт трансформации межатомных связей в ходе термохимических процессов. Установлено, что процесс износа, например в направлении [100] на грани (110), не может быть процессом только механического износа. Показано, что полировка происходит при фазовых превращениях природных алмазов и отделения материала от поверхности. Этот механизм определяется зависимостью коэффициента трения, а соответственно и энергии активации процесса износа от нагрузки и выбора кристаллографического направления.

В результате исследований методом РЭМ установлено, что для обработки плоских поверхностей искусственного алмаза оптимальным для применения является шлифовальный диск укатанный, с двойным алмазосодержащим слоем: первый слой – порошок АСН 14/10 с вкраплениями Ni, второй алмазосодержащий слой с порошком АСН 10/7 с вкраплениями Fe. Для повышения работоспособности алмазного инструмента в режиме полирования плоских поверхностей искусственного алмаза предложен способ подготовки рабочей поверхности шлифовального диска, заключающийся в повторном нанесении на алмазосодержащее покрытие равномерного слоя пасты алмазной металлизированной марки ПОМ АСМ 7/5 или АСМ 5/3. Полирующая способность шлифовального алмазного инструмента возникает в результате образования на алмазных зернах площадок износа и сохраняется до тех пор, пока размер их не превышает 3 мкм.

## Литература

- 1. Митягин, А. Ю. Технология и оборудование для обработки алмазных материалов современной техники / А. Ю. Митягин, А. А. Алтухов, А. Б. Митягина // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. -2009. -№ 1. C. 53–58.
- 2. Нанокристаллические алмазные CVD-пленки : структура, свойства и перспективы применения / И. И. Выровец [и др.] // ФПП ФИП PSE. -2010. − T. 8, № 1. − C. 4-19.
- 3. Алмаз электронного качества. Инновации. Инвестиции. Креативные проекты / В. Лучинин [и др.] // Технологическое оборудование и материалы. Электроника : Наука. Технология. Бизнес. 2023. № 4. С. 70–89.
- 4. Диордица, В. В. Теплоотводы на основе алмаза / В. В. Диордица // Материалы 70-й студенческой научно-технической конференции : тез. докл. студ. БНТУ / редкол. : Е. Е. Трофименко [и др.]. Минск : БНТУ, 2015. С. 128-131.
- 5. Tsang Diamond FinFET without Hydrogen Termination [Electronic resource] / Biqin Huang, Xiwei Bai, Stephen K. Lam Kenneth K. // Journal Scientific Reports. -2020. Mode of access: www.nature.com/scientificreports. Date of access: 19.07.2023.
- 6. Diamond UV detectors for future solar physics missions / J. F. Hochedez [et al.] // Diamond and Related Materials.  $-2001. Vol.\ 10. P.\ 673.$
- 7. Полевой транзистор на гидрированной поверхности алмаза / Ю. В. Гуляев [и др.] // Радиотехника и электроника. -2014. -№ 59 (3). C. 304–310.
- 8. Инструмент.py [Электронный ресурс]. Режим доступа : https://instrumer.ru/shlifovalnye-krugi/. Дата доступа : 15.03.2025.
- 9. Изучение влияния параметров обработки на протекание поверхностных нанопроцессов при формообразовании синтетических алмазов / В. А. Емельянов, Е. Б. Шершнев, С. И. Соколов, А. Н. Купо // Известия Гомельского гос. ун-та им. Ф. Скорины. 2021. № 6 (129). С. 159–163.

Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины