



*Книги, публикуемые в серии «Мир радиоэлектроники», содержат актуальную научную и технологическую информацию и, несомненно, будут полезны специалистам радиоэлектронного комплекса при реализации документов стратегического планирования и отраслевых программ развития.*

*Заместитель министра промышленности  
и торговли Российской Федерации В.В. Шмак*



**ТЕХНОСФЕРА**  
РЕКЛАМНО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР

## РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ СЕРИИ КНИГ «МИР РАДИОЭЛЕКТРОНИКИ»

**Шпак Василий Викторович**, заместитель министра промышленности и торговли РФ – председатель редсовета, к.э.н.

### *Члены совета:*

**Авдонин Борис Николаевич**, советник директора ФГУП «ГосНИИАС», д.э.н., профессор, заслуженный экономист РФ, г. Москва

**Акопян Иосиф Григорьевич**, научный руководитель АО «Концерн ВКО «Алмаз-Антей», д.т.н., профессор, г. Москва

**Анцев Георгий Владимирович**, ген. директор – ген. конструктор АО «НПП «Радар ммс», к.т.н., г. Санкт-Петербург

**Беккиев Азрет Юсупович**, первый заместитель ген. директора холдинговой компании «Росэлектроника», профессор, чл.-корр. РАН, г. Воронеж

**Борисов Юрий Иванович**, специальный представитель Президента Российской Федерации по вопросам международного сотрудничества в области космоса, д.т.н., г. Москва

**Букашкин Сергей Анатольевич**, АО «Концерн «Автоматика», д.т.н., профессор, г. Москва

**Бушуев Николай Александрович**, советник ген. директора АО «НПП «Алмаз», к.ф.-м.н., д.э.н., профессор, г. Саратов

**Верба Владимир Степанович**, ген. конструктор АО «Концерн «Вега», профессор, чл.-корр. РАН, г. Москва

**Верник Петр Аркадьевич**, директор АНО «Институт стратегий развития», г. Москва

**Вилкова Надежда Николаевна**, ген. директор ЗАО «МНИТИ», к.т.н., д.э.н., профессор, г. Москва

**Гуляев Юрий Васильевич**, научный руководитель ФГБУН ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН, академик РАН, г. Москва

**Зверев Андрей Владимирович**, член правления ООО «СоюзМаш России», к.э.н., г. Москва

**Козлов Геннадий Викторович**, заместитель руководителя аппарата генерального директора-руководитель секретариата АО «Концерн ВКО «Алмаз-Антей», д.т.н., профессор, г. Москва

**Красников Геннадий Яковлевич**, президент РАН, академик РАН, г. Москва

**Критенко Михаил Иванович**, руководитель проектов высшей категории радиоэлектронного комплекса госкорпорации «Ростех», к.т.н., г. Москва

**Мальцев Петр Павлович**, главный научный сотрудник ИСВЧПЭ РАН, д.т.н., профессор, г. Москва

**Попов Владимир Васильевич**, президент ПАО «Светлана», к.т.н., г. Санкт-Петербург

**Сигов Александр Сергеевич**, академик РАН, президент РТУ МИРЭА, г. Москва

**Турилов Валерий Александрович**, АО «КНИИТМУ», к.т.н., доцент, г. Калуга

**Хохлов Сергей Владимирович**, ген. директор ФГУП «ГосНИИАС», г. Москва

**Чаплыгин Юрий Александрович**, президент Национального исследовательского университета «МИЭТ», академик РАН, г. Москва, г. Зеленоград

**Шахнович Илья Владимирович**, главный конструктор ООО «НИИИТ», г. Москва

**Шубарев Валерий Антонович**, ОАО «Авангард», д.т.н., профессор, г. Санкт-Петербург

**Якунин Александр Сергеевич**, председатель совета директоров АО «Российские космические системы», член бюро правления ООО «СоюзМаш России», д-р социол. наук, г. Москва



# МИР

## радиоэлектроники

А.А. Алтухов

Алмазы  
в микроэлектронике:  
от исследований  
к разработкам

Под ред. П.П. Мальцева

ТЕХНОСФЕРА  
Москва  
2025

**УДК 546.26-162; 679.826; 621.383; 539.1.074.55; 621.383**

**ББК 22.37**

**A52**

**A52 Алтухов А.А.**

**Алмазы в микроэлектронике: от исследований к разработкам**

**Под ред. П.П. Мальцева**

**М.: ТЕХНОСФЕРА, 2025. – 306 с. ISBN 978-5-94836-716-3**

В монографии автором изложены оригинальные методология и методы исследований алмазов, в частности для исследований использовались современные методы и оборудование, в т. ч. системы электрофизического контроля полупроводниковых структур, контактные и бесконтактные системы профилометрии, установки спектрофотометрического анализа в ИК, видимом и УФ диапазонах; методы и оборудование люминесцентного и поляризационного контроля, электронная микроскопия, методы спектральной и топографической катодолуминесценции, методы электронно-ионного элементного и структурного анализа, рентгено-структурные и рентгено-спектральные методы.

Описана последовательность операций при изготовлении приборов на алмазах, прежде всего для изготовления образцов устройств и их элементов. Использовались методы и оборудование вакуумного нанесения проводящих, полупроводниковых и вспомогательных слоев, включая магнетронное, электронно-лучевое, молекулярно-лучевое осаждение, CVD- и HPHT-технологии синтеза алмаза, технология ионной имплантации, лазерные, ионно-плазменные и ионно-лучевые технологии обработки и травления.

Обзор представляет интерес для ученых, инженеров и преподавателей высшей школы, аспирантов и магистров, студентов и бакалавров, специализирующихся в области радиоэлектроники и микросистемной техники.

**УДК 546.26-162; 679.826; 621.383; 539.1.074.55; 621.383**

**ББК 22.37**

© Алтухов А. А., 2025

© Мальцев П. П., редактирование, 2025

© АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», оригинал-макет, оформление, 2025

**ISBN 978-5-94836-716-3**

# СОДЕРЖАНИЕ

<b>Предисловие</b> .....	8
<b>Глава 1. Исследования структурных особенностей и электрофизических характеристик алмазных кристаллов и пластин</b> .....	11
1.1. Основные направления и результаты исследований по разработке комплексных методов отбора алмазных кристаллов и пластин для микроэлектроники .....	13
1.2. Исследования по разработке методов и аппаратуры контроля пространственной неоднородности алмазных кристаллов и пластин .....	19
1.3. Внедрение методов и аппаратуры для комплексного отбора алмазных кристаллов и пластин для обеспечения создания приборных структур на их основе .....	26
1.4. Исследования влияния параметров и функциональных особенностей алмазных материалов и пластин на характеристики детекторов ионизирующих излучений на их основе .....	38
Список литературы к главе 1 .....	47
<b>Глава 2. Разработка оборудования и технологических процессов для прецизионной обработки алмазных пластин</b> .....	53
2.1. Исследования физико-технологических основ и разработка технологий и оборудования для лазерной размерной обработки алмазных кристаллов и пластин .....	54
2.2. Исследования физико-технологических основ и разработка технологий и оборудования для прецизионной обработки алмазных пластин термохимическим методом .....	59
2.3. Разработка технологий и оборудования для обеспечения серийного производства алмазных пластин .....	63
Список литературы к главе 2 .....	67
<b>Глава 3. Исследования и разработка детекторов ионизирующих излучений на основе алмазов</b> .....	73
3.1. Детекторы ионизирующих излучений на основе алмазов 2-а типа .....	73
3.2. Комплекс конструктивно-технологических решений для повышения точности измерений энергетических спектров алмазных детекторов ионизирующих излучений .....	87
3.3. Алмазные детекторы ионных потоков и тяжелых заряженных частиц .....	95
3.4. Алмазные детекторы нейтронного излучения .....	104

3.5. Многодетекторная система для контроля электронного излучения.....	111
3.6. Устройства контроля импульсных излучений на основе алмазных детекторов .....	117
3.7. Системы радиационного контроля на основе алмазных детекторов .....	126
3.8. Оснащения изделий ракетно-космической техники системами радиационного контроля на основе алмазных детекторов .....	136
Список литературы к главе 3 .....	146
<b>Глава 4. Исследования физических основ и разработка технологических процессов для создания фотоприемных матриц ультрафиолетового диапазона на алмазах .....</b>	<b>159</b>
4.1. Конструкторско-технологические решения для создания одноэлементных фоточувствительных структур ФП и ФПУ УФ-излучения .....	162
4.2. Исследование физических основ и процессов ионной имплантации для разработки конструктивно-технологических решений матричных алмазных УФ-фотоприемников .....	180
4.3. Разработка конструктивно-технологических решений матричных УФ-фотоприемных устройств на алмазе .....	190
4.4. Применение алмазных УФ фотоприемных устройств в РЭА.....	198
Список литературы к главе 4 .....	221
<b>Глава 5. Исследование физических основ и разработка технологических процессов для создания крупноформатных монокристаллических алмазных подложек и изготовления алмазных СВЧ-транзисторов.....</b>	<b>232</b>
5.1. Направления использования алмазных материалов для создания приборных структур и элементов твердотельной СВЧ-электроники.....	232
5.2. Исследование физических основ и разработка технологических процессов создания алмазных крупноформатных монокристаллических подложек .....	235
5.3. Исследование физических основ и разработка технологических процессов создания алмазных полевых транзисторных структур с поверхностным гидрированным каналом.....	244
5.4. Исследования физических основ и разработка технологических процессов создания алмазных полевых транзисторов с $\delta$ -слоем на основе бора.....	252
5.6. Разработка конструкций и технологий алмазных полевых СВЧ-транзисторов с $\delta$ -легированными водородом и бором каналами .....	263
Список литературы к главе 5 .....	268

<b>Глава 6. Исследования и разработка конструктивно-технологических решений для создания элементов микроэлектромеханических систем на основе алмаза</b> .....	274
6.1. Анализ физико-механических свойств алмаза для создания датчиков и элементов МЭМС.....	274
6.2. Разработка конструктивно-технологических решений для создания алмазных датчиков давления.....	278
6.3. Разработка конструктивно-технологических решений для создания алмазных датчиков ускорения.....	289
Список литературы к главе 6.....	299
<b>Сведения об авторе</b> .....	304

# ПРЕДИСЛОВИЕ

В монографии автором изложены оригинальные методология и методы исследований алмазов в целях их использования в микроэлектронике, в частности для исследований использовались современные методы и оборудование, в т.ч. системы электрофизического контроля полупроводниковых структур, контактные и бесконтактные системы профилометрии, установки спектрофотометрического анализа в ИК, видимом и УФ диапазонах; методы и оборудование люминесцентного и поляризационного контроля, электронная микроскопия, методы спектральной и топографической катодолуминесценции, методы электронно-ионного элементного и структурного анализа, рентгено-структурные и рентгено-спектральные методы. Для анализа электрофизических параметров приборных устройств использовались измерения вольт-амперных и вольт-фарадных характеристик, холловские измерения и т.п.

В монографии описана последовательность операций при изготовлении приборов на алмазах, и прежде всего для изготовления образцов устройств и их элементов использовались методы и оборудование вакуумного нанесения проводящих, полупроводниковых и вспомогательных слоев, включая магнетронное, электронно-лучевое, молекулярно-лучевое осаждение, CVD- и НРНТ-технологии синтеза алмаза, технология ионной имплантации, лазерные, ионно-плазменные и ионно-лучевые технологии обработки и травления.

Интерпретация экспериментальных результатов осуществлялась на основе положений физики полупроводников, современных методов анализа процессов взаимодействия радиационных и электромагнитных излучений с веществом.

В результате исследования завершились практической реализацией, которая изложена в монографии.

Создано первое в России производство сертифицированных отечественных алмазных подложек 2-а типа для микро- и оптоэлектроники, в т.ч. для экспорта в 12 зарубежных стран.

Разработаны и внедрены в производство новые технологии и технологическое оборудование прецизионной обработки алмазных пластин на основе лазерного излучения ультрафиолетового (УФ) и инфракрасного (ИК) диапазонов и на основе термохимических процессов.

Разработаны технические условия (ТУ), комплекты конструкторской и технологической документации (КД и ТД), изготовлены образцы фотоприемных (ФП) микроэлектронных приборов:

- одноэлементные алмазные УФ ФП ФР-типа различных типономиналов,
- одноэлементные алмазные УФ-ФП фотодиодного типа,
- одноэлементные алмазные УФ-ФП фотовольтаического типа,
- одноэлементные алмазные УФ-ФП с интегрированными схемами усиления сигнала,
- многоэлементные алмазные УФ-ФП различных конструкций и форматов, в т.ч. линейных, с форматом (2×64 и 2×128), матричных с форматами (64×64) и (128×128),

- многоэлементные интегрально-комплексированные УФ-ФП биспектрального типа,
- алмазные биспектральные гибридные фотоприемных усилителей (ФПУ) для УФ и в видимой областей спектра,
- образцы алмазной гибридной фоточувствительной схемы (ГФС) для регистрации изображения в УФ, видимом и ИК диапазонах спектра.

Разработаны и изготовлены оптоэлектронные устройства, в том числе:

- датчик Солнца на базе УФ-ФП ФПЯ-1 для бортовой оптико-электронной аппаратуры спутника ГНС-1,
- оптоэлектронное устройство двойного назначения,
- оптоэлектронное устройство,
- мобильные рабочие эталоны энергетической освещенности типа для объектов ракетно-космической техники,
- образцы оптоэлектронных устройств экологического контроля состава жидких сред.

Разработаны и изготовлены приборы и электронные устройства для детектирования ионизационных излучений, в том числе:

- детекторы АДИИ-1 двойного применения, включая модификации дозиметрического и спектрометрического типов,
- детекторы АДИИ-2 (радиометрического типа) для измерения объемной и удельной активности радионуклидов в газах и воздушной среде,
- детекторы АДИИ-3 (дозиметрического типа) для измерения доз излучений (в составе дозиметрической аппаратуры),
- детекторы  $\gamma$ -излучения, в т.ч. дозиметрические детекторы для лучевой терапии,
- детекторы  $\alpha$ -излучения погружного типа, функционирующие в агрессивных средах,
- специализированные устройства со встроенными интерфейсами приема-обработки данных для контроля импульсных пучков,
- образцы нейтрон-чувствительных АД для мониторов импульсного нейтронного выхода для модернизации аппаратуры ННК для геологоразведки,

Впервые в России и одними из первых в мире разработаны и изготовлены образцы систем контроля космического излучения (КИ) и ионизирующих излучений (ИИ) на основе алмазов для изделий ракетно-космической техники, включая:

- блоки типа «АДИИ» для КА серии «Глонасс» и КА двойного применения,
- блоки контроля параметров радиационной обстановки для перспективных и модернизируемых отечественных КА,
- спектрометрические блоки контроля радиационной обстановки для пилотируемого космического корабля «Орел».

Кроме того, разработаны ТУ, комплекты КД и ТД и изготовлены алмазные датчики давления и ускорения для перспективных МЭМС и устройств контроля параметров движения.

Автором предложены конструктивно-технологические решения алмазных полевых СВЧ.

Разработанные и изготовленные на алмазе транзисторные и диодные приборные структуры, микроэлектронные приборы и оптоэлектронные устройства, а также системы на их основе использованы в интересах АО «ЦНИТИ «Техномаш», АО «НПП «Пульсар», АО «НПП «Исток» им. Шокина», АО «ЦНИИ Машиностроения», АО «КБП им. А.Г. Шипунова», АО «Корпорация «Комета», АО «Российские Космические системы», АО «ИСС им. М.Ф. Решетнева», ПАО «РКК «Энергия» им. С.П. Королева, АО «НИИ КП».

Следует отметить большую работу по систематизации опубликованной литературы по методам отбора кристаллов и пластин алмазов и разработке конструктивно-технологических решений для создания датчиков и изделий микроэлектроники.

*Ведущий научный сотрудник  
ФГБУН Межведомственный центр аналитических исследований  
в области физики, химии и биологии при Президиуме РАН,  
заслуженный деятель науки РФ,  
д.т.н., профессор  
П.П. Мальцев*

# ГЛАВА I

## ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ И ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АЛМАЗНЫХ КРИСТАЛЛОВ И ПЛАСТИН

В настоящей главе изложены результаты экспериментальных исследований структурных особенностей и электрофизических характеристик алмазных кристаллов и пластин, имеющих неоднородное примесное и структурное строение, направленных на установление взаимосвязей и влияния данных характеристик и структурных особенностей кристаллов и пластин на параметры приборных структур, изготовленных на их основе, обеспечивших разработку комплексных методов отбора алмазных пластин для микроэлектроники.

На первых этапах исследований использовались природные особо чистые монокристаллические алмазы 2-а типа, т.н. безазотные алмазы. Учитывая особый статус и порядок обращения материалов в нашей стране, данный тип алмаза был на государственном уровне выделен в особый тип материала, которому было присвоено отдельное наименование и выделена соответствующая классификация, а именно алмазы XXII-а группы, а также разработаны и внедрены соответствующие ТУ (ТУ-47-2-73; ТУ-47-6-85 и др.). Позднее эти алмазы обозначались в нормативных документах так же, как и «алмазы с особыми свойствами».

К началу 2000-х годов в стране сложилась авторитетная, в т.ч. по мировым меркам, научная школа алмазного материаловедения и алмазной электроники, которая в определенной мере обозначила ее первый, начальный этап развития, в рамках которого был заложен фундамент дальнейшего развития. Использование природных алмазных материалов при разработке и изготовлении приборов вызывало проблемы технологического характера, к которым относились повторяемость и однородность электрофизических параметров изготавливаемых на их основе алмазных подложек (АП), что связано с уникальным характером исходного кристалла. В отдельных случаях это компенсировалось высокими выходными параметрами изготавливаемых приборов, а значит, и окупалось их итоговой ценой. Но в целом такое положение нехарактерно для современной электроники с ее крайне жесткими требованиями к стабильности и разбросу входных параметров используемых материалов.

К сожалению, до настоящего времени на рынке пока нет коммерчески доступных алмазных монокристаллических подложек больших размеров, т.е. сравнимых с подложками кремния (Si), арсенида галлия (GaAs), карбида кремния (SiC), размеры которых составляют 3...4 и более дюймов, и также требуемых параметров, включая ценовые, которые смогли бы обеспечить технико-экономический прогресс

алмазной электроники. Несмотря на вышеотмеченные особенности, специалисты предсказывают неизбежный прогресс в этом направлении, включая оптимистичные прогнозы замены кремниевой электроники алмазной уже в нынешнем столетии.

В России накоплен уникальный научный опыт и имеется значительный научно-технический потенциал в области алмазного материаловедения и приборостроения. К числу наиболее известных отечественных ученых относятся В.С. Вавилов, С.Ф. Козлов (все – ФИАН), [1.1, 1.2], Н.В. Новиков [1.3], В.Б. Квасков [1.4, 1.5], академик В.И. Конов, В.Г. Ральченко (ИОФРАН) [1.6], А.Л. Вихарев (НИИПФ) [1.7], и другие. Отечественные ученые (Б.В. Дерягин, Д.В. Федосеев, Б.В. Спицын, Л.Л. Буйлов с коллегами) одними из первых в мире обосновали метод газофазного синтеза алмаза [1.8, 1.9], а также предложили ряд инноваций мирового уровня в технологии и оборудовании для синтеза кристаллов, включая технологию типа «разрезной сферы», установки типа «Барс» (И.Ю. Малиновский, Ю.Н. Пальнов с коллегами), см. [1.10, 1.11].

В России, как и во всем мире, активно продолжают исследования в области разработки и внедрения технологий и оборудования для изготовления алмазных кристаллов (АК), монокристаллических подложек различных размеров и параметров, синтеза гомо- и гетероэпитаксиальных структур. К их числу относятся технологии газофазного осаждения (chemical vapor deposition, CVD), технологии высокотемпературного синтеза при высоком давлении (НРПТ, High Pressure-High Temperature), включая их разновидности типа разрезной сферы (БАРС) и многопуансонных систем различных конфигураций [1.10, 1.11].

В последние годы в стране сформировалась научно-техническая база мирового уровня по росту алмазных кристаллов методом НРПТ с промышленными объемами и высоким электрофизическим качеством (НПК «Алмаз», New Diamond Technology (NDT), г. Сестрорецк), которые производят и предлагают на коммерческой основе алмазные НРПТ-пластины приборного качества [1.12] с размерами от 10 мм<sup>2</sup> и более (до 10×10) мм, с ориентацией (100). Согласно данным производителя [1.12, 1.13], компания предлагает высококачественные пластины из выращенного (синтетического) НРПТ алмаза, которые не имеют напряжений, дефектов, поверхностных трещин и сколов, а основными преимуществами пластин являются большая рабочая бездефектная поверхность, идеальная кристаллическая структура, низкий уровень дислокаций и неконтролируемых примесей. Недавно появилась информация об изготовлении алмазных НРПТ-пластин с размерами 12,5 мм в диаметре [1.88].

В настоящее время для изготовления алмазных приборных структур, как правило, используются синтетические алмазы, получаемые по технологии CVD [1.6, 1.14–1.17]. В России производятся технологические установки для газофазного осаждения (АО «Оптосистемы») [1.18]. Монокристаллические CVD-алмазные пластины, пригодные для изготовления приборных структур, предлагаются на коммерческой основе [1.19, 1.20]. Производителями предлагаются также поликристаллические алмазные пластины, которые имеют существенно меньшую стоимость и доступны в больших размерах (76 мм в диаметре и более), которые в настоящее время активно применяются не только в качестве теплоотводящих структур [1.5, 1.21], но и как

материал для создания активных полупроводниковых на алмазе, включая детекторы ионизирующих излучений (ДИИ) различных типов [1.22, 1.23].

Несомненным лидером в области синтеза синтетических алмазных подложек и изделий является компания Element Six (Е6), расположенная (головной офис) в Великобритании, остров Мэн, являющаяся дочерней компанией фирмы De Beers [1.19, 1.24]. Компания продолжает, по сути, деятельность в области алмазного материаловедения и, отчасти, — приборостроения, начатую ранее, в 80-х годах, своими предшественниками под наименованиями Harris и Drukker International BV 1.33, 1.34]. Монокристаллические CVD-алмазные пластины от компании Е6, пригодные для изготовления алмазных ДИИ (т.н. электронного и/или детекторного качества) имеют, согласно заявлениям производителя и независимым измерениям [1.19, 1.20, 1.26], эффективность сбора заряда не менее 95% и разрешение по энергии менее 1% (при толщине 0,5 мм).

К настоящему времени в мире появились и активно развиваются многообещающие идеи и перспективные технологии в области алмазного материаловедения и создания алмазных монокристаллических подложек требуемых размеров и параметров, в т.ч. по технологиям т.н. клонирования и мозаичного роста [1.25]. Подробный анализ этих идей и технологий можно найти, например, в работах Р.А. Хмельницкого с соавторами [1.27, 1.28].

Следует отметить, что экспериментальные исследования в области технологии «мозаичных» алмазных слоев одними из первых в России были обоснованы и начаты при активном участии специалистов АО «НПП «Исток» (М.П. Духновский с коллегами) и НИИПФ РАН (А.Л. Вихарев с коллегами) [1.29, 1.30]. Продолжаются активные исследования в области создания технологий и оборудования, использующих полупроводниковые подложки, включая алмазные, нестандартных размеров, например диаметром 12,5 мм. К их числу относится технология Minimal-Fab [1.31, 1.32]. Ранее были предложены оригинальныеходы к формированию россыпи монокристаллов алмазов на основе общих физико-химических подходов и получены патенты на изобретения [1.89–1.91].

## **1.1. Основные направления и результаты исследований по разработке комплексных методов отбора алмазных кристаллов и пластин для микроэлектроники**

В параграфе приведены основные направления и результаты исследований по разработке комплексных методов отбора алмазных кристаллов и пластин для создания приборных структур микро- и оптоэлектроники, а также рассматриваются физико-технологические основы данных методов. Основное внимание обращено на особенности электрофизических и кристаллографических характеристик природных кристаллов 2-а типа для их использования в микро- и оптоэлектронике.

Природные алмазные кристаллы 2-а типа характеризуются неоднородным строением, связанным со структурными и деформационными нарушениями,

примесными дефектами, включая их неоднородное распределение по объему кристалла. В алмазных кристаллах обнаружено порядка 50 различных центров и дефектов [1.4, 1.3, 1.35–1.45 и ссылки в этих работах]. Распределение дефектов (примесей и/или структурных нарушений) в алмазах 2-а типа зависит от физических и химических условий роста, особенностей послеростовой окружающей среды и ряда других факторов, включая радиационные воздействия [1.9, 1.10, 1.35–1.45]. Структурные дефекты, включая дислокационные, являются одними из самых нежелательных структурных нарушений монокристаллических полупроводников, т.к. они крайне негативно влияют на конечные характеристики приборных структур. Примесные дефекты и их неоднородности также существенно влияют на электрофизические характеристики приборных структур, несмотря на то, что концентрация некоторых из таких дефектов может быть достаточно низкой (менее  $10^{18}$  ат/см<sup>3</sup>). В этой связи необходим предварительный отбор алмазных кристаллов, имеющих требуемые электрофизические параметры и пространственно-однородное их распределение.

Под руководством и при непосредственном участии автора книги были разработаны и исследованы оригинальные и/или усовершенствованы ранее применяемые методы электрофизического и структурного анализа алмазных кристаллов и пластин для обеспечения необходимых электрофизических и технологических характеристик, также внедрены в технологический цикл комплексные методы контроля структурного и электрофизического качества алмазных кристаллов и пластин, включая технологические инструкции, ТУ, комплекты КД и ТД.

К их числу относятся:

- методы контроля морфологии и технологических отклонений поверхности АП, с использованием и оптической микроскопии сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) высокого разрешения, контактной и бесконтактной профилометрии с разрешением на уровне долей нанометра,
- оптические методы и оборудование для контроля конфигурации и неплоскостности АП на основе интерферометрических и голографических методов,
- методы контроля кристаллографической ориентации и качества поверхности АП, включая рентгеновскую дифракцию (РД) и дифракцию быстрых электронов (ДБЭ),
- методы фотометрического контроля, позволяющие оценить структурное качество алмазных образцов, включая метод поляризационно-оптического контроля (в т.ч. в скрещенных поляризаторах), что позволило обеспечить контроль и наблюдение полей внутренних кристаллических напряжений и неоднородностей внутренней структуры АП, метод фотолюминесцентного контроля (длины волн 254 и 366 нм), спектрофотометрические методы в ИК-, видимом и в УФ-диапазонах,
- методы исследования узоров аномального двупреломления и их типоморфных особенностей, с точки зрения их влияния на функционирование и параметры алмазных приборных структур,
- катодолуминесцентные методы, включая методы цветной катодолуминесценции (КЛ) и цветной катодолуминесцентной топографии (КЛТ), – для контроля наличия и распределения примесных и электрически активных центров,

- методы электронно-ионной спектроскопии, включая Оже-электронную спектроскопию (ОЭС), вторично-ионную масс-спектроскопию (ВИМС) для контроля элементного состава.

Таким образом, в результате выполненных исследований, с учетом анализа и статистики функционирования большого количества (несколько тысяч) алмазных подложек и приборных структур, изготовленных в рамках экспериментального и/или серийного производства, были разработаны и внедрены в технологический цикл ПТЦ «УралАлмазИнвест», а также в «ЦНИТИ «Техномаш», комплекс методов электрофизического и структурного анализа алмазных кристаллов и пластин, включая разработанные оригинальные методики и аналитическое оборудование, обеспечивающие серийное производство приборных структур микро- и оптоэлектроники.

### ***Исследования по разработке методов предварительного отбора алмазных кристаллов и пластин 2-а типа***

Предварительный отбор АК 2-а типа (группа XXII-а) и АП на их основе состоит из следующих этапов:

- визуальной идентификации макродефектов (включений, трещин),
- оптические спектроскопические исследования (ИК- и УФ-спектрофотометрия),
- поляризационные исследования (для контроля внутренних напряжений),
- исследования кристаллов люминесцентными методами.

На последующих этапах, как правило, используются специализированные методы и сложная аналитическая аппаратура, позволяющие качественно и количественно определить целевые электрофизические параметры кристаллов или пластин (такие, как кристаллографическая ориентация и совершенство кристалла, контроль подвижностей и времени жизни носителей, высокочувствительный контроль ультрамалых концентраций примесей и дефектов и т.п.). В табл. 1.1 представлен перечень основных методов и аппаратура для их реализации.

Были выполнены прикладные исследования по разработке и внедрению в технологический цикл комплекса аналитического оборудования и методик для прецизионного измерения линейных размеров, морфологических характеристик, отклонений от плоскостности АП. Для измерения размеров, морфологических характеристик, отклонений от плоскостности использовались различные приборы, в т.ч. ДГ-30, профилометры Alpha-Step-200, позднее – Zygo ZeGage Pro HR, оптические системы Vickers VM-60 и др.

Основные положения и технические требования разработанного комплекса методов изложены в «Методике отбора алмазов для изготовления активных элементов электроники (УМКБ.25102.00008 Э)».

В результате исследований нескольких тысяч алмазных кристаллов и пластин нами одними из первых в стране были разработаны и внедрены в технологический цикл комплекс методов контроля и измерения параметров алмазных пластин приборного качества.

Таблица 1.1. Базовые методы отбора алмазных кристаллов 2-а типа

Метод	Критерий отбора	Оборудование	АП/день
Сортировка по люминесценции	Отсутствие яркого люминесцентного свечения («безазотный» тип)	Лампа «UVP Mineralight» (длинно- и коротковолновая области)	> 20
Сортировка поляризационно-оптическим методом	9 условно-пригодных узоров	Поляризационный микроскоп ПОЛАМ Л-213	> 20
Определение шероховатости поверхности	Профилограмма, класс шероховатости 13...14	Alpha Step-200 Zygo ZeGage Pro HR	5...6, 5 точек с 2-х ст.)
УФ-спектрофотометрия	Содержание азота в А-форме: $CN(A) < 1 \cdot 10^{19}$ ат/см <sup>3</sup> и $CN(A) > 1 \cdot 10^{19}$ ат/см <sup>3</sup>	Спектрофотометр СФ-56	5
ВО-спектрофотометрия	Определение наличия дефекта N <sub>3</sub> на $\lambda = 415$ нм	Спектрофотометр СФ-56	5
ИК-спектрофотометрия	Определение наличия дефектов В <sub>1</sub> и В <sub>2</sub>	Спектрофотометры ИКС-40; Фурье-спектрофотометр ФСМ 12-01	5
Катодолюминесценция (КЛС)	Спектр КЛС (вид и наличие N <sub>3</sub> и N <sub>3</sub> -дефектов)	Сканирующий электронный микроскоп с КЛ приставкой	5...8
Катодолюминесцентная топография (КЛТ)	Определение наличия и распределение дефектов (по цвету световых зон)	Сканирующий электронный микроскоп с КЛ приставкой	24

### *Исследования по разработке методов и аппаратуры контроля кристаллографической ориентации алмазных пластин*

Натуральные и искусственные кристаллические алмазы представляют собой монокристаллы кубической симметрии, которые, как и другие монокристаллы, обладают анизотропией свойств, т.е. зависимостью физических свойств (модуля упругости, коэффициента теплопроводности, показателя преломления и др.) от направления, вдоль которого их измеряют. Присущая кристаллам анизотропия требует измерения физико-механических свойств в определенных кристаллографических плоскостях и направлениях.

Для ориентации рентгеновским способом обычно используют установки рентгеновской дифракции, например, серии ДРОН, УРС-50И, УРС-60, УРС-70К1. Был разработан и внедрен в технологический цикл один из первых в стране компактный рентгеновский дифрактометр «РС-УАИ» с собственным ПО для контроля кристаллографической ориентации АП и отклонения рабочей плоскости АП от плоскости, соответствующей направлениям (100), (110) и (111), (точность примерно 1°).

На рис. 1.1 и 1.2 показаны внешний вид дифрактометра РС-УАИ и интерфейс ПО обработки и управления.



Рис. 1.1. Внешний вид рентгеновского дифрактометра РС-УАИ

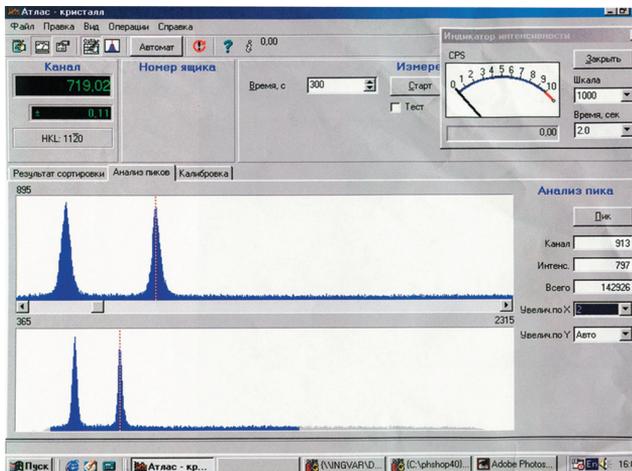


Рис. 1.2. Внешний вид интерфейса ПО обработки и управления работой РС-УАИ

В России изготовлен дифрактометр, который включает в свой состав высоковольтный блок, рентгеновскую трубку (с медным прострельным анодом), блок монохроматоров, камеры образца, позиционно-чувствительный детектор. Была разработана «Методика определения кристаллографической ориентации алмазных пластин» с помощью дифрактометра «РС-УАИ», которая внедрена в технологический маршрут в «ПТЦ «УралАлмазИнвест».

### ***Исследования по отбору алмазных кристаллов и пластин люминесцентными методами***

Исследования алмазных кристаллов и АП люминесцентными методами включают контроль и спектральный анализ полос люминесценции, связанных с обменным взаимодействием между возмущениями кристаллической структуры алмаза и

оптически активными центрами. Последующий анализ их 2-мерного распределения (цифровое или аналоговое топологическое картирование) позволяет выявить характеристики и локальное расположение структурных и примесных дефектов в приповерхностных областях кристаллов и АП. В зависимости от используемого источника возбуждающего излучения, люминесценция подразделяется на рентгенолюминесценцию (РЛ) и фотолюминесценцию (ФЛ) [1.10, 1.35, 1.38, 1.39, 1.47–1.52, 1.57].

### ***Фотолюминесцентные методы отбора алмазных кристаллов и пластин***

Фотолюминесценция (ФЛ) является хорошо зарекомендовавшим себя методом идентификации примесных и структурных дефектов в решетке алмаза и может эффективно использоваться при отборе АК и АП. ФЛ алмазов в первую очередь характеризуется интенсивностью и цветом свечения. При комнатной температуре спектры ФЛ природных алмазов представляют собой широкую бесструктурную т.н. А-полосу с максимумом в районе длин волн 440...450 нм [1.10, 1.35, 1.53]. Помимо спектральных характеристик, спектры люминесценции имеют и характерные временные, или кинетические особенности, которые связаны с различным временем и нарастанием (спадом) свечения [1.47]. Для ФЛ природных алмазов характерно наличие большого количества оптически активных центров (дефектов), которые обозначаются в соответствии со своим характерным спектральным диапазоном и, как правило, имеют собственные обозначения. Люминесцентные методы редко являются количественными из-за различного рода эффектов и взаимного влияния центров люминесценции, неоднородностей их распределения и сложной формы кристаллов. В случае перекрытия полос люминесценции от разных центров для их идентификации применяется исследование спектрально-кинетических характеристик, т.е. разделение спектров по времени затухания [1.50–1.55].

Люминесцентные методы позволяют идентифицировать примесные дефекты в алмазах косвенным путем, – в случае определенных сочетаний центров ФЛ с примесными дефектами. Наиболее распространенная голубая линия ФЛ ( $N_3$ -дефекты) встречается в алмазах типа Ia с дефектами A,  $B_1$ ,  $B_2$ , и ее интенсивность сложным образом зависит от относительного содержания этих дефектов [1.3, 1.37]. Алмазы с наиболее яркой голубой ФЛ характеризуются более высоким содержанием  $B_1$ - и  $B_2$ -дефектов по сравнению с содержанием A-дефектов. Высвечивание А-полосы имеет сложную кинетику, которая объясняется двухстадийностью процесса рекомбинации – в ней присутствуют как медленные, так и быстрые компоненты [1.38, 1.57, 1.47, 1.50]. На первой стадии возникает дырочная рекомбинационная люминесценция, на второй стадии происходит электронная безызлучательная рекомбинация «зона проводимости – примесь» [1.58]. При возбуждении УФ-излучением в прозрачных образцах наблюдается картина объемного распределения центров ФЛ, качественно отражающая характер неоднородности распределения примесных и структурных дефектов.

В результате исследований были разработаны и внедрены в технологический маршрут ТИ и ТД для отбора АК и АП ФЛ-методами, которые осуществляются с учетом анализа интенсивности и спектральных характеристик ФЛ, а критерием является ФЛ слабой интенсивности различного цвета или полное ее отсутствие при возбуждении УФ-источником (UVGL-25 «Mineralight» ф. UVP) с максимумом  $\lambda = 365$  нм.

### ***Рентгено- и катодолюминесцентные методы отбора алмазных кристаллов и пластин***

Спектры люминесценции алмаза можно наблюдать, помимо ФЛ, при возбуждении рентгеновскими лучами (рентгенолюминесценция, РЛ), электронами (катодолюминесценция, КЛ) и другими частицами. Метод РЛ позволяет также исследовать внутреннюю структуру, выявить текстуру и характер разориентировки несовершенных участков кристалла, определить распределение и плотность дислокаций. При рентгеновском возбуждении также наблюдается А-полоса с максимумом в районе 420 нм (в кристаллах типа IIa), 470 нм (Ia), 520...550 нм (Ib).

В спектре КЛ присутствует аналогичная А-полоса с наложением системы узких линий, принадлежащих  $N_3$ ,  $H_3$ ,  $H_4$ , 575 нм,  $GR_1$  и другим дефектам [1.3, 1.35, 1.37, 1.54–1.58], имеющих ростовое или радиационное происхождения.

## **1.2. Исследования по разработке методов и аппаратуры контроля пространственной неоднородности алмазных кристаллов и пластин**

### ***Метод рентгеноспектральной топографии для отбора алмазных кристаллов и пластин***

При реализации метода рентгеноспектральной топографии [1.38, 1.59] становится возможным осуществлять отбор алмазных кристаллов и пластин с целью анализа кристаллической неоднородности и примесно-структурного состава, что позволит оценить распределение структурных дефектов, см. например, [1.11]. На начальных стадиях отбора алмазных кристаллов и пластин для изготовления приборных устройств в технологическом маршруте мы использовали метод РЛ и рентгеноспектральной топографии.

Была разработана и апробирована методика рентгеноспектральной топографии для топологического контроля, которая внедрена в технологический цикл. На рис. 1.3 представлен фрагмент аттестационного листа топологического контроля, который включает электрофизические данные и аттестационные параметры АП, полученные методами КЛТ, РЛ и рентгеноспектральной топографии.

Метод РЛ достаточно трудоемкий, и при массовом контроле состава и неоднородности кристаллов и пластин было предложено использовать в качестве базовых методы КЛС/КЛТ [1.60–1.68], которые будут более подробно рассмотрены далее.

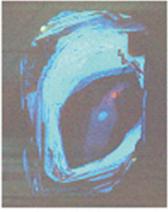
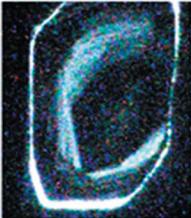
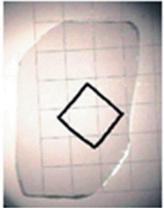
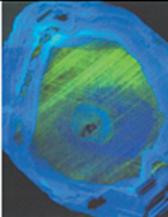
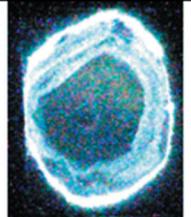
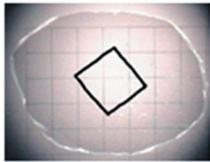
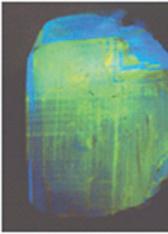
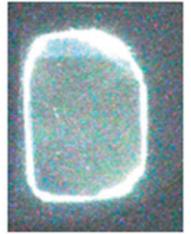
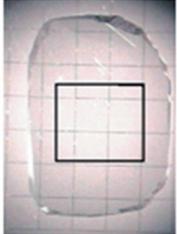
№№ пластин	Аттестационные параметры	КЛТ	РЛ	Зона формирования контактных площадок
A 327	$C(N)_A = 4,44 \times 10^{18}$ ат/см <sup>3</sup> Оптически изотропна; при х8 без дефектов; УФ 254/365 нм – инертная			
A 334	$C(N)_A = 7,42 \times 10^{18}$ ат/см <sup>3</sup> Оптически анизотропна, мозаично-блоковая с сетчатой структурой. При х8 без дефектов; УФ 254/365 нм – слабо-желтая			
A 340	$C(N)_A = 1,9 \times 10^{18}$ ат/см <sup>3</sup> Оптически анизотропна, пятнистая со слабой линейчатой текстурой; при х8 без дефектов; УФ 254/365 нм – инертная			

Рис. 1.3. Пример листа топологического контроля АП с использованием люминесцентных методов (КЛТ, РЛ)

### **Поляризационно-оптический метод отбора алмазных кристаллов и пластин**

Поляризационно-оптический метод отбора использует освещение образцов АП плоскополяризованным светом в диапазоне длин волн 400...800 нм и измерение с помощью поляризационного микроскопа с фотометрическим устройством яркости интерференционной окраски в положении скрещенных николей в проходящем свете, а также определение удельной оптической анизотропии ( $P_{\text{уoa}}$ ) для каждого образца.

Поляризационно-оптический метод обеспечивает выявление неоднородности их внутреннего строения, исходя из анализа узоров аномального двупреломления. Отбор осуществлялся на микроскопе МБС-10 с поляризационной приставкой в проходящем плоско-поляризованном свете, в скрещенных и параллельных николях, при увеличении 16...32 $\times$ . Использовались поляризационные фильтры: TOP-POL Linear; 55E ф. Schneider 30.67.073. В соответствии с проведенными исследованиями [1.44, 1.45] и разработанной методикой [1.68], «условно-годные» алмазные кристаллы для изготовления пластин для микро- и оптоэлектроники

можно разделить на девять условных групп по узорам аномального двупреломления. Описание способа сортировки поляризационно-оптическим методом изложено в разработанной ТИ «Сортировка алмазов поляризационно-оптическим методом».

Были выполнены сравнительные исследования [1.46], в т.ч. поляризационно-оптическим методом, характеристик АП, изготовленных методами HPHT и CVD для выявления неоднородности их внутреннего строения и создания приборных структур микро- и оптоэлектроники на их основе, а также исследования по влиянию взаимозависимостей характеристик аномального двупреломления и удельной оптической анизотропии АП на функционирование приборных структур ДИИ, изготовленных на основе подобных АП [1.69–1.71].

### ***Методы катодолюминесценции и катодолюминесцентной топографии для отбора алмазных пластин и кристаллов***

Выполнены исследования алмазных кристаллов 2-а типа методами цветной катодолюминесценции (КЛ) и цветной катодолюминесцентной топографии (КЛТ) для целей отбора при изготовлении приборных алмазных структур, а также оптимизированы и внедрены в технологический процесс методы цветной КЛ и цветной КЛТ, которые позволили эффективно контролировать структурную неоднородность АП, существенно расширить получаемую информацию об их внутренней структуре, что позволило разработать оригинальный метод отбора алмазных кристаллов, который был защищен патентом РФ [1.75]. Метод КЛ является разновидностью люминесцентных методов, в котором возбуждение люминесценции происходит при воздействии электронного пучка [1.61–1.63]. Был предложен и получил распространение метод катодолюминесцентной топографии (КЛТ) как его разновидность. Подробно методика и аппаратура для выполнения этих методов описаны в ряде работ, включая [1.64–1.68].

Одними из первых, кто обосновал и стал активно использовать эти методы в России, были ученые физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова (проф. д-р физ.-мат. наук Г.В. Сапарин, проф. М.В. Чукичев, канд. физ.-мат. наук С.К. Обыден, канд. физ.-мат. наук П.В. Иванников), которые провели исследования алмазных кристаллов 2-а типа методами цветной КЛ и цветной КЛТ. Метод КЛТ является одним из эффективных и высокочувствительных методов изучения полупроводниковых материалов, особенно с неоднородной структурой, и который эффективно применяется для анализа материалов с низкими концентрациями ( $< 10^{18}$  ат/см<sup>3</sup>) оптически активных примесей.

Результаты КЛ позволяют исключить из топологии приборных структур обнаруженные зоны с нежелательными характеристиками и/или дефектами структуры кристалла. Как обратный вариант, результаты КЛ топографических исследований зональной структуры позволяют определить локализацию областей с высоким структурным совершенством. При этом в дальнейшем, в ходе формирования технологического маршрута, обнаруженные локальные зоны (сегменты пластин)

с нежелательными дефектами могут быть топологически и схемотехнически исключены из активных зон формируемых приборных структур.

Были выполнены комплексные экспериментальные исследования взаимного влияния спектральных характеристик КЛС, соотношения интенсивностей сигналов характерных линий КЛС, связанных с различными типами примесно-дефектных центров и характеристик алмазных приборных устройств, включая детекторы ИИ (рентгеновского и  $\alpha$ -излучения), и результаты которых были внедрены в технологический маршрут изготовления ДИИ [1.67–1.71].

При исследовании алмазов в СЭМ и облучении образцов сканирующим электронным пучком (ускоряющее напряжение – 40...50 кВ и ток пучка – 0,5...1 мкА) были сформированы цветные цифровые КЛ-топограммы и выполнен локальный спектроскопический анализ КЛ образцов для комплексного анализа и сопоставления полученных данных.

Для экспериментальных исследований были подготовлены 40 шт. плоско-параллельных и механически отполированных ( $Ra \approx 20$  нм) АП 2-а типа, с (111) кристаллографической ориентацией поверхностей; часть образцов имели (100) и (110) ориентацию. Все образцы успешно прошли стадии предварительного отбора. Концентрации азотных дефектов в А-форме (пара атомов азота) во всех исследованных образцах составляли менее чем  $2 \cdot 10^{19}$  ат/см<sup>3</sup> (по данным поглощения в УФ- и ИК-диапазонах). По ФЛ-характеристикам все исследуемые пластины характеризовались отсутствием или едва заметной голубой ФЛ при УФ-возбуждении ( $\lambda = 254$  нм).

По результатам исследований пространственной однородности приповерхностной области и локализации оптически активных центров АП было подтверждено, что люминесцентное излучение алмазных пластин имеет зональное строение и характер распределения эмиссионных центров соответствует кристаллографической ориентации пластин (рис. 1.4).

В одном образце с заметной оптической анизотропией были выявлены схожие элементы оптической анизотропии и топографических картин КЛ (рис. 1.5). Поверхностное распределение полос люминесцентного излучения характеризуется сильным изменением спектральных параметров. Основные компоненты находятся в синем (широкая А-полоса +  $N_3$  (415,5 нм) и зеленом, центр  $H_3$  (503,4 нм) диапазонах спектров. Были исследованы области пластин, имеющие достаточно однородную картину эмиссии, в спектральном диапазоне от 350 до 600 нм при 30 К и 77 К, при ускоряющем напряжении 40 кВ и токе 1 мкА.

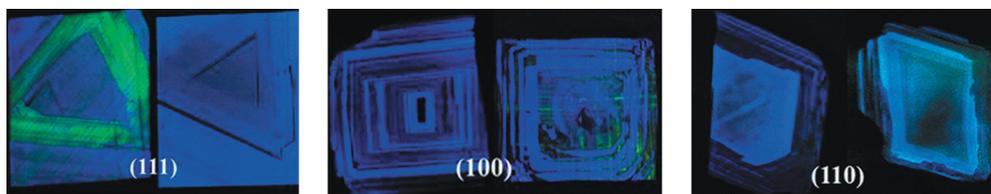


Рис. 1.4. Зональное строение и характер распределения эмиссионных центров люминесцентного излучения АП различной кристаллографической ориентации

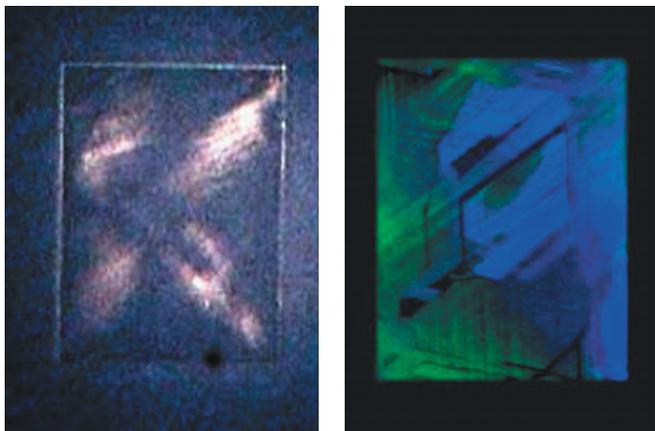


Рис. 1.5. Оптическая анизотропия и КЛ-топограмма АП

При отборе однородных кристаллов КЛ-люминесценция, проявляющаяся в виде «А-полосы», является информативной, поскольку отражает особенности алмаза, имеющего внутренние дефекты и структурные несовершенства. Эта полоса ассоциируется с дислокационными и некоторыми другими типами дефектов в алмазе 2-а типа, см. [1.3, 1.35, 1.72, 1.74]. Интенсивность А-полосы коррелирует с параметрами Рамановского пика в алмазе [1.75], что также подтверждает связь А-полосы с наличием дислокаций и ненасыщенных радикалов. Был выполнен анализ влияния азотных дефектов на «тушение» (снижение интенсивности) излучения «А-полосы» по полученным данным КЛ-спектроскопии. Проанализированы соотношения между узкими полосами пропускания КЛ-центров  $N_3$  и  $H_3$  и соответствующими им широкими полосами (диапазон 520 и 440 нм) при высоких и низких температурах. Установлена изменчивость интенсивности А-полосы как свойства образца, так и свойства исследуемой группы.

Была рассчитана и построена графическая зависимость между интенсивностью эмиссии А-полосы и суммированными коэффициентами поглощения от А и  $V_1$  центров, рассчитанными по данным ИК-спектров поглощения (рис. 1.6).

Для углубленного исследования КЛ-излучения спектральные измерения проводились на образцах с контрастной зональной структурой поверхности (рис. 1.7). КЛ-спектры пластин были получены в диапазоне 2,1...3,3 эВ при  $T = 300$  К и 77 К при энергии электронов (50...40) кэВ и  $I = 0,5$  мкА.

Среди наблюдаемых спектральных составляющих наиболее интенсивными являются следующие [1.3, 1.35, 1.56]:

- узкая полоса при 415 нм, что характерно для  $N_3$ -центра (сочетание трех атомов азота с вакансией),
- неструктурированная широкая полоса с максимумом около 420 нм, так называемая «А-полоса», которая ассоциируется с дислокационными типами дефектов в алмазе 2-а типа,
- $H_3$ -система линий с уменьшающейся шириной, начинающаяся от 503 нм с последующими спектральными линиями на 511 нм и 520 нм фононных реплик.

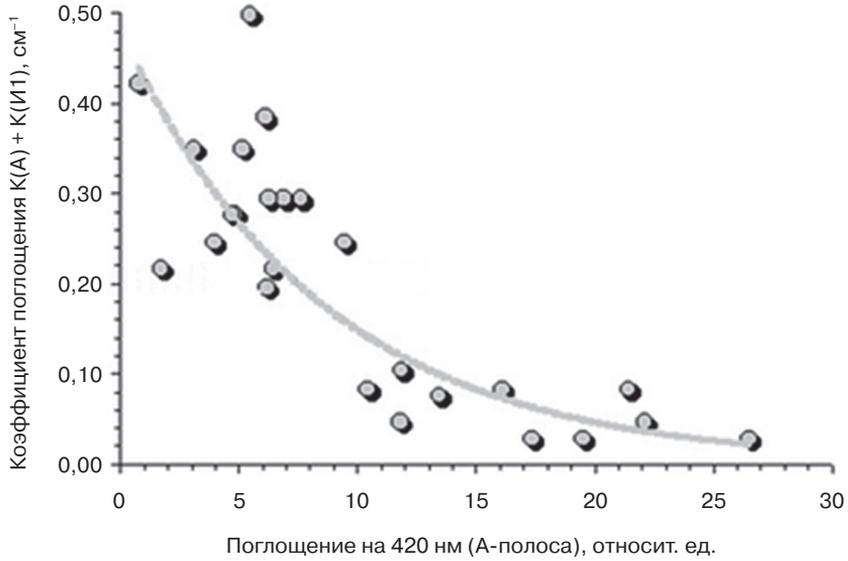


Рис. 1.6. Зависимость интенсивности А-полосы и суммированных коэффициентов поглощения от А и  $V_1$  центров

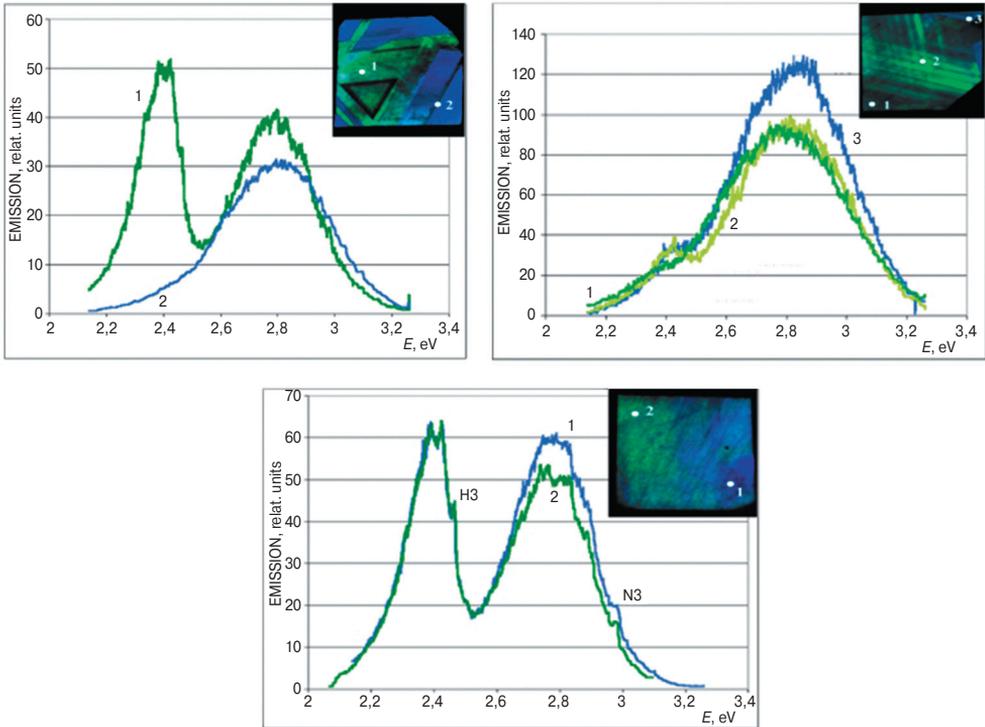


Рис. 1.7. КЛ-топограммы АП с идентификатором положения электронного пучка и спектроскопические данные КЛ при  $T = 300$  К

Используя данную зависимость в сочетании с данными измерения примесных концентраций, становится возможным оценить степень структурного совершенства алмазного кристалла или пластины. Используя данное соотношение, в сочетании с измеренными концентрациями примесей, становится возможным осуществлять контроль интенсивности А-полосы излучения.

### ***Спектрофотометрические методы отбора и аттестации алмазных кристаллов и пластин***

Разработана и внедрена в технологический цикл компьютеризированная методика сортировки алмазных кристаллов и пластин на основе ИК-спектрофотометрических методов, которая предназначена для количественного определения содержания азота в А, В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub>-формах и используется для составления паспорта на пластины и некоторые типы алмазных изделий. Для проведения данного метода использовался Фурье-спектрометр ФСМ-1201 ИК-диапазона (ИК ФСМ-1201) – ТУ-4434-001-31050782-99. Разделение алмазов на группы с определенным набором и концентрацией примесных дефектов в А, В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub> – формах производится методами УФ- и ИК-спектрометрии в диапазоне длин волн 0,2...12,5 мкм. Сортировка методами УФ- и ИК-спектрометрии в УФ 190...340 нм и ИК 700...4000 нм областях производится на спектрофотометрах СФ-56 и ИКС-40.

На основании опубликованных данных [1.35, 1.68, 1.71] и проведенных экспериментальных исследований влияния концентрации примесных дефектов в алмазах 2-а типа было установлено, что для разделения алмазных кристаллов 2-а типа на подгруппы, условно-годные для изготовления приборов, возможно использование количественных критериев. Данные для расчета критериев определяются по результатам измерения спектров УФ-поглощения, включая данные по концентрации дефектов в В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub> формах, а именно:

- имеющие соотношение концентраций  $C_{B_1}$  и  $C_{B_2}$  по ИК-спектрам в виде  $C_{B_2} > C_{B_1}$  и, одновременно, с концентрацией азота в А-форме  $C_{N(A)} \geq 10^{19}$  (ат/см<sup>3</sup>) являются условно годными для фоточувствительных элементов,
- имеющие соотношение концентраций  $C_{B_1}$  и  $C_{B_2}$  по ИК-спектрам в виде  $C_{B_1} = C_{B_2}$  или  $C_{B_1} > C_{N(A)}$ , и, одновременно, с концентрацией азота в А-форме  $C_{N(A)} \geq 10^{19}$  (ат/см<sup>3</sup>) являются условно годными для изготовления пассивных элементов.

В результате проведенных совместно с коллегами из института «Гиналмаззолото» и с белорусскими специалистами исследований был разработан «Способ сортировки природных кристаллов алмаза», защищенный патентом РФ № 2165804 [1.75]. Способ включает освещение АК плоскополяризованным светом в диапазоне длин волн 400...800 нм, измерение с помощью поляризационного микроскопа с фотометрическим устройством яркости интерференционной окраски в положении скрещенных николей в проходящем свете, определение удельной оптической анизотропии каждого алмаза  $P$ , помещение кристалла в резонаторную камеру СВЧ-установки, облучение источником излучения, определение интенсивности

сигнала СВЧ-фотопроводимости алмаза, сопоставление этих двух измерений и отбор кристаллов.

В основе предлагаемого способа сортировки природных алмазов с пониженным содержанием азота лежит экспериментально установленный факт, что изменение интенсивности сигнала СВЧ-фотопроводимости происходит в зависимости от удельной оптической анизотропии, обусловленной наличием структурно-примесной неоднородности кристаллов. Данный способ сортировки природных кристаллов алмаза был апробирован и внедрен в технологический маршрут в «ПТЦ «УралАлмазИнвест».

В результате проведенных исследований были разработаны и внедрены в технологический цикл изготовления АП и микроэлектронных приборов на их основе, комплекс аналитических методов и оборудования для контроля структурного и электрофизического качества алмазных кристаллов и пластин 2-а типа, их предварительного отбора, включая патенты на изобретения, ТУ, комплекты ТД.

Были исследованы несколько тысяч алмазных кристаллов и пластин, имеющих неоднородное строение, вызванное наличием различных по своей природе локальных и протяженных структурно-примесных дефектов, связанных с различной формой вхождения азота в алмаз, исследованы дислокационные нарушения, объемные нарушения, фрагментация и ряд других, влияющие на параметры АП и микроэлектронных приборов на их основе.

### **1.3. Внедрение методов и аппаратуры для комплексного отбора алмазных кристаллов и пластин для обеспечения создания приборных структур на их основе**

#### ***Исследования эффекта радиационно-стимулированного пробоя алмазных детекторов ионизирующих излучений с использованием поляризационно-оптического метода***

Были выполнены экспериментальные исследования по изучению влияния аномального двупреломления и удельной оптической анизотропии АП на функционирование приборных структур ДИИ, изготовленных на их основе [1.69–1.71].

Поляризационно-оптический метод отбора использует освещение образцов АП плоскополяризованным светом в диапазоне длин волн 400...800 нм и измерение с помощью поляризационного микроскопа с фотометрическим устройством яркости интерференционной окраски в положении скрещенных николей в проходящем свете, а также определение удельной оптической анизотропии ( $P_{\text{yod}}$ ) для каждого образца.

Поляризационно-оптический метод обеспечивает выявление неоднородности внутреннего строения АП, исходя из анализа узоров аномального двупреломления. Эксперименты выполнялись с использованием микроскопа МБС-10 с поляризационной приставкой в проходящем плоско-поляризованном свете, в скрещенных

и параллельных николях, при увеличении 16...32 $\times$ . Использовались поляризационные фильтры: TOP-POL Linear; 55E ф. Schneider 30.67.073. В соответствии с проведенными исследованиями [1.44, 1.45] и разработанной методикой, «условно годные» АП и АК можно разделить на девять условных групп по узорам аномального двупреломления.

Исследовались:

- проявления аномального двупреломления в виде конкретного поляризационного узора, выявляемого по данным поляризационно-оптического анализа,
- соотношение расчетных значений удельной оптической анизотропии ( $P_{\text{yoa}}$ ), с одной стороны, и критических значений  $P_{\text{кр}}$  — с другой стороны.

Проведенные исследования показали, что использование АП, имеющих значения удельной оптической анизотропии ( $P_{\text{yoa}}$ ), измеренной поляризационно-оптическим методом, выше критического значения ( $P_{\text{крит}}$ ), вызывает с высокой степенью вероятности появление эффекта радиационно-стимулированного микропробоя в ДИИ, изготовленных на их основе.

Таким образом, были выполнены экспериментальные исследования зависимости аномального двупреломления по 9 условным группам поляризационного узора на основе данных поляризационно-оптического анализа и контроля по установленным критериям удельной оптической анизотропии, измеренной поляризационно-оптическим методом, для влияния эффектов, влияющих на функционирование ДИИ, что позволило произвести отбор АП для ДИИ, включая контроль топологии их активных и контактных слоев.

### ***Применение методов катодолюминесценции и катодолюминесцентной топографии в технологическом цикле изготовления алмазных детекторов ионизирующих излучений***

Как отмечалось выше, наличие в алмазных образцах дислокаций даже в относительно низких концентрациях оказывает заметное влияние на электрофизические свойства АП и характеристики изготавливаемых на их основе приборных структур. Применение КЛТ и КЛС при отборе АП для создания приборных структур позволяет определить локализацию областей с относительно высоким структурным совершенством, при этом анализ зональной структуры распределения областей излучения позволяет определить сегменты внутри АП, которые могут быть практически использованы для детекторов излучения.

Были проведены экспериментальные исследования тестовых АП (общее количество более 1200 образцов) методами КЛС в спектральных поддиапазонах: 370...500 нм, 500...625 нм и 625...800 нм. Выполнены измерения характеристик АП в спектральных диапазонах полос пропускания КЛ центров  $N_3$  и  $H_3$  и соответствующих им широким полосам: диапазон 520 нм и 440 нм. Исследования методом КЛС проводились на СЭМ при ускоряющем напряжении 40 кВ и 24 кВ, среднем токе пучка 0,007...1 мкА, при температурах жидкого азота и при комнатной температуре ( $T = 77$  К и  $T = 295$  К). Проведен анализ соотношений полос пропускания для КЛ центров  $N_3$  и  $H_3$ , с последующими исследованиями и идентификацией центров

люминесценции, их поверхностного распределения и отбора АП с близкими электрофизическими свойствами.

В результате экспериментальных исследований тестовых АП (общее количество более 1200 образцов) методами КЛС в спектральных поддиапазонах полос пропускания КЛ центров  $N_3$  и  $H_3$  и соответствующих им широким полосам в диапазоне 520 нм и 440 нм с последующими исследованиями и идентификацией центров люминесценции, их поверхностного распределения в АП с требуемыми электрофизическими свойствами, были определены критерии эффективного использования АП для изготовления ДИИ на их основе.

### *Исследования радиационно-стимулированного пробоя ДИИ методами КЛ и КЛТ*

Эффект радиационно-стимулированного пробоя при функционировании ДИИ, изготовленных на основе алмазов 2-а типа, как впервые было показано в [1.73], наблюдается и связан с неоднородностью строения кристаллов алмаза и наличием в них структурных дефектов. Исследования образцов АП методами КЛС и КЛТ в диапазонах длин волн 370...500, 500...625 и 625...800 нм при  $T = 295$  К и  $T = 77$  К позволили выявить специфические особенности этих структурных дефектов. На КЛ-топограммах, приведенных на рис. 1.8, отчетливо наблюдаются границы фрагментов, имеющих различный характер люминесценции.

В результате исследований было установлено, что наличие и интенсивность линии КЛ с  $\lambda = 503,5$  нм в спектральных характеристиках фрагментов АП (рис. 1.9) взаимосвязаны с электрофизическими характеристиками тестовых образцов ДИИ, изготовленных на их основе.

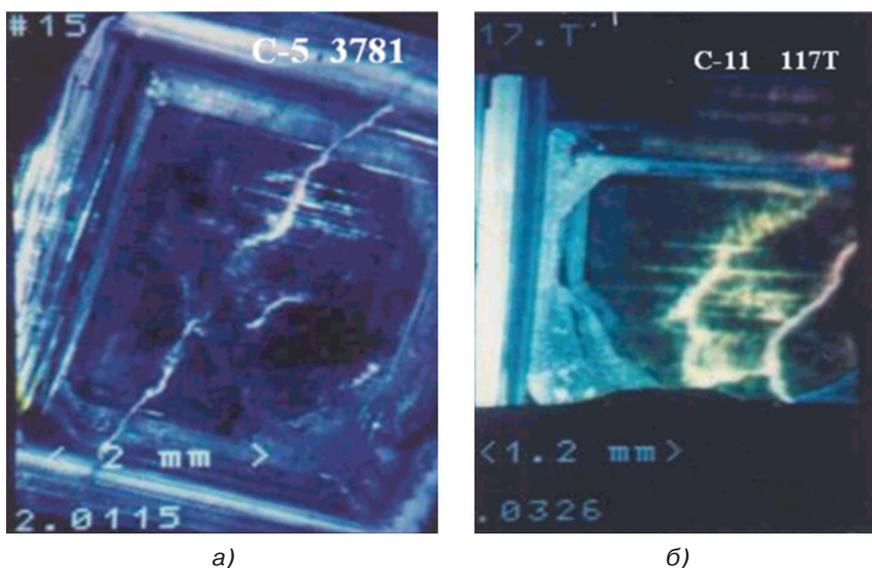


Рис. 1.8. КЛТ образцов C5-3781 (а) и C11-117Т (б)

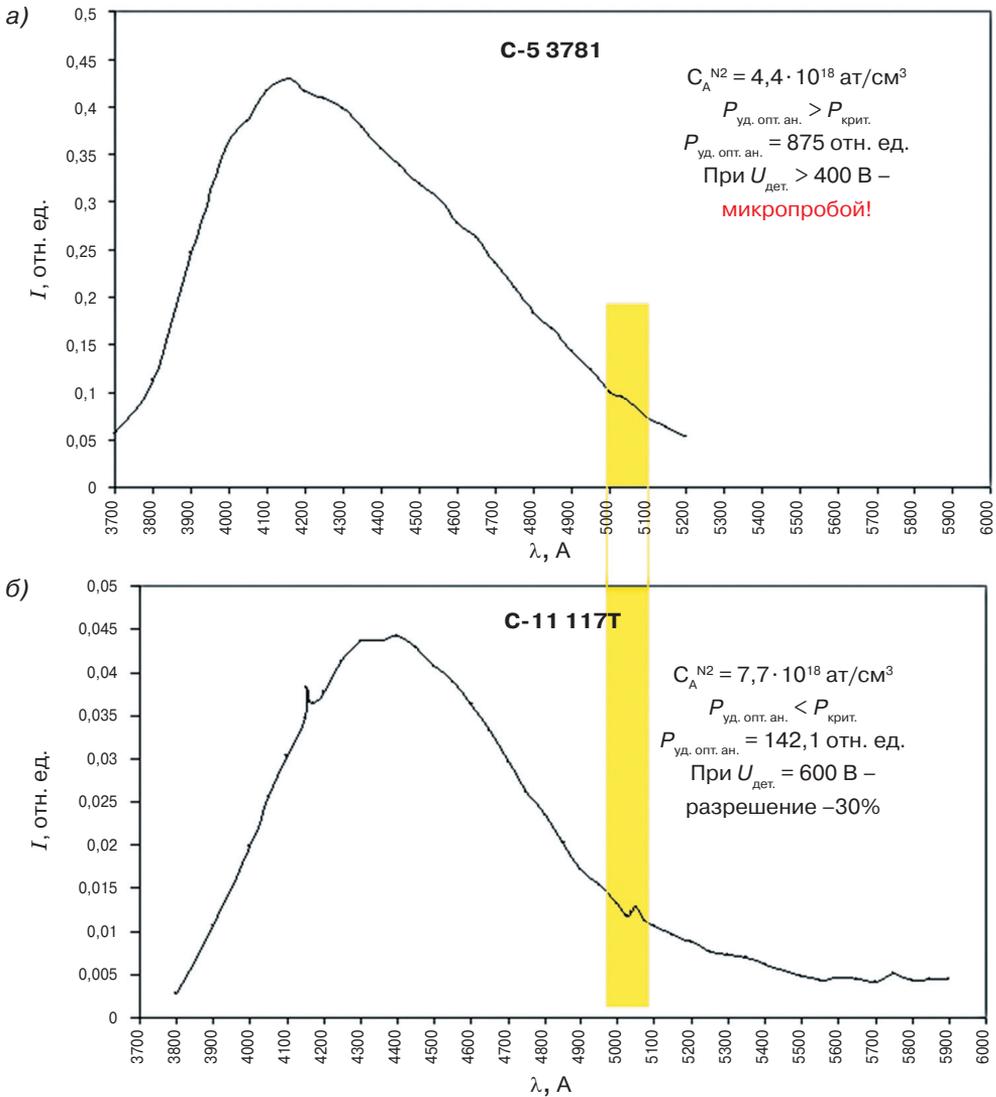


Рис. 1.9. Спектральные характеристики КЛ образцов C5-3781 (а) и C11-117Т (б)

Исходя из опубликованных данных [1.3, 1.35, 1.37–1.40], данный спектральный участок ( $\lambda = 503,5$  нм) входит в систему структурно-примесного центра  $H_3$ , который относится к группе примесно-дефектных центров, влияющих на процессы формирования неравновесных носителей заряда, генерируемых в объеме кристалла внешним излучением и который влияет на кинетику нейтрализации центров рекомбинации электронно-дырочных пар (ЭДП).

Анализ топографии и особенностей фрагментов в структуре исследуемых АП и АК, вкл. их разориентацию, позволил предположить, что границы фрагментов (не декорированные или частично декорированные центром  $H_3$ ) представляют собой

узкие проводящие структуры. Исследования показали, что, как правило, эффект микропробоя происходит в кристаллах, имеющих пространственно-структурные неоднородности в виде микрофрагментационного строения и микрограней между фрагментами, выявляемых при КЛТ. Такие неоднородности, как показывают работы [1.43–1.45], связаны с процессами пластической деформации, происходящими на этапах формирования кристалла в процессе его роста.

Таким образом, выполнены экспериментальные исследования взаимосвязей наличия и интенсивности линии КЛ с  $\lambda = 503,5$  нм в спектральных характеристиках фрагментов АП, которая входит в систему структурно-примесного центра  $N_3$ . Центр  $N_3$  влияет на процессы формирования носителей заряда, генерируемых в объеме АК внешним излучением и на кинетику нейтрализации центров рекомбинации электронно-дырочных пар (ЭДП), и, в итоге, на электрофизические характеристики образцов ДИИ, изготовленных на их основе.

Установлено, что эффект микропробоя ДИИ происходит в АК, имеющих пространственно-структурные неоднородности, выявляемые КЛТ, и которые связаны с процессами пластической деформации, происходящими на этапах роста алмазного кристалла.

### *Исследования функциональных особенностей ДИИ методами КЛ и КЛТ*

В работах [1.69–1.71] были выполнены исследования зависимостей КЛ-спектральных характеристик АК и АП, используемых для изготовления ДИИ и их функциональных характеристик. Были исследованы алмазные кристаллы 2 подтипов: 2-а типа и промежуточного типов. Кристаллы отличались пониженным содержанием азота в А-форме:  $C_N^A$  менее  $10^{17} \dots 10^{19}$  ат/см<sup>3</sup>.

В результате исследований были выявлены 2 подтипа ДИИ, отличающиеся спектрами КЛС используемых АП, а также функциональными характеристиками ДИИ при регистрации  $\alpha$ -частиц 5,5 МэВ от  $Pu^{238}$  эталонного источника ОСАИ. Также было выявлено влияние смещения на характеристики детекторов, включая значение энергетического разрешения.

На рис. 1.10 и 1.11 [1.69] показаны данные зависимости параметров спектрометрических ДИИ К 14010 и С16 (131Т) от спектрофотометрических характеристик АП. В результате исследований взаимозависимости параметров спектрометрических ДИИ от КЛ-характеристик АП 2-а типа были установлены взаимосвязи между особенностями КЛС АП и видом характеристики ДИИ, как показано на рис. 1.10 [1.69].

Было показано, что спектрометрические ДИИ (с энергетическим разрешением примерно до 4...5%), изготовленные на основе выбранных кристаллов, можно разделить на 2 условные группы: высоковольтные (ВВ) и низковольтные (НВ). Данные типы детекторов отличались характеристиками КЛС спектров используемых АП, см. рис. 1.10 и 1.11. В табл. 1.2 и 1.3 представлены характеристики ДИИ НВ и ВВ типов.

Представленный на рис. 1.10а спектр демонстрирует наличие одной из упомянутых выше спектральных частей (широкой А-полосы с максимумом  $\approx 420$  нм, и расширенным диапазоном в длинноволновой части спектра 390...520 нм), линий 415,3 нм и 503,5 нм (центры  $N_3$  и  $H_3$ , соответственно).