

**Список использованных источников**

1. Маловик К.Н. Современные аспекты эффективности и экономики качества: учеб. пособие // К.Н. Маловик. – Севастополь: СНУЯЭиП, 2005. – 248 с.
2. Порадник щодо організації контролю за станом живучості кораблів Військово-Морських Сил Збройних Сил України. Затверджено наказом Командувача Військово-Морських Сил Збройних Сил України від 05.06.2007 року № 147. – Севастополь: Управління бойової підготовки та військово-навчальних закладів ВМС ЗС України, 2007. – 26 с.
3. Правила підготовки до боротьби за живучість на надводних кораблях Військово-Морських Сил Збройних Сил України. Затверджено Наказом командувача Військово-Морських Сил Збройних Сил України від 17.12.07р. № 355. – Севастополь: СВМІ, 2007. – 101 с.
4. Ципоруха М.И. За жизнь корабля / М.И. Ципоруха. – М.: ДОСААФ, 1989. – 128 с.
5. Бакуліна Г.М. Кваліметрія в освітніх послугах вищих навчальних закладів: навч. посібник // Г.М. Бакуліна, К.М. Маловик, С.Б. Смірнов, М.М. Стригунова. – Севастополь: СНУЯЕтаП, 2012. – Т. 1. – 320 с.

Надійшла до редакції 03.06.2013 г.

УДК 621.315.592

**ПОДГОТОВКА КРЕМНИЕВЫХ ПОДЛОЖЕК  
ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ КВАНТОВОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР  
МЕТОДОМ ЖИДКОФАЗНОЙ ЭПИТАКСИИ**

**С.В. Бондарец, С.Ю. Быковский, В.В. Довгаленко, И.И. Марончук**

*Севастопольский национальный университет ядерной энергии и промышленности*

Рассмотрены возможности подготовки поверхности исходных пластин кремния к процессам выращивания наногетероэпитаксиальных структур с квантовыми точками методом жидкофазной эпитаксии с импульсным охлаждением подложки. Подобраны стандартные методики подготовки исходных кремниевых пластин путем химико-динамической полировки. В процессе жидкофазной эпитаксии отработаны оптимальные режимы выращивания буферного эпитаксиального слоя кремния из перенасыщенных оловянных растворов-расплавов на подложках с различной степенью качества подготовки, достаточные для процессов дальнейшего выращивания квантоворазмерных структур. Представлены результаты исследования на мультимикроскопе СММ-2000 в режиме атомно-силовой микроскопии образцов: исходного материала, после химико-динамической полировки по различным методикам, с полученными методом жидкофазной эпитаксии буферными слоями.

**Введение**

При выращивании полупроводниковых материалов для изготовления современных электронных устройств актуальным становится получение их на основе наногетероэпитаксиальных структур (НГЭС), которые имеют в активной области квантово-размерные объекты, такие как квантовые точки (КТ) [1].

В настоящее время такие структуры получают в основном методами молекулярно-лучевой и МОС-гидридной эпитаксии. К существенным недостаткам НГЭС с КТ, полученными по этим технологиям, относятся образование в них высокого уровня генерационно-рекомбинационных токов, обусловленных наличием «смачивающего» слоя между КТ в каждом выращенном массиве, удаление которых в этих технологиях не представляется возможным, а также высокая стоимость, обусловленная дороговизной компонентами и оборудованием [2]. В этой связи альтернативой для получения НГЭС КТ становится процесс жидкофазной эпитаксии (ЖЭ) с импульсным охлаждением подложки (ИОП) [3], который в принципе позволяет получать НГЭС с КТ, не содержащими «смачиваемых» слоев между КТ.

Известно, что на характер роста НГЭС с КТ существенно влияет морфология поверхности, на которой формируются такие объекты, а также ее состав, поскольку он определяет параметры кристаллической решетки поверхностного слоя, которая, в свою очередь, влияет на качество полученных методом ЖЭ с ИОП НГЭС с КТ [4]. Поэтому качественная подготовка поверхности исходных пластин играет важную роль в технологии ЖЭ с ИОП.

Даже качественная химико-динамическая полировка может создать незначительные ямки травления на поверхности исходной пластины. А они, в свою очередь, могут привести к неравномерному высеву массива КТ за счет наличия ступеней с различной кристаллографической ориентацией рис. 1 [5]. Поэтому в целях качественного улучшения морфологии подложки перед выращиванием на ней квантоворазмерных структур с улучшенными свойствами начальным этапом перед выращиванием какой-либо эпитаксиальной структуры в процессе ЖЭ может быть формирование буферного слоя.

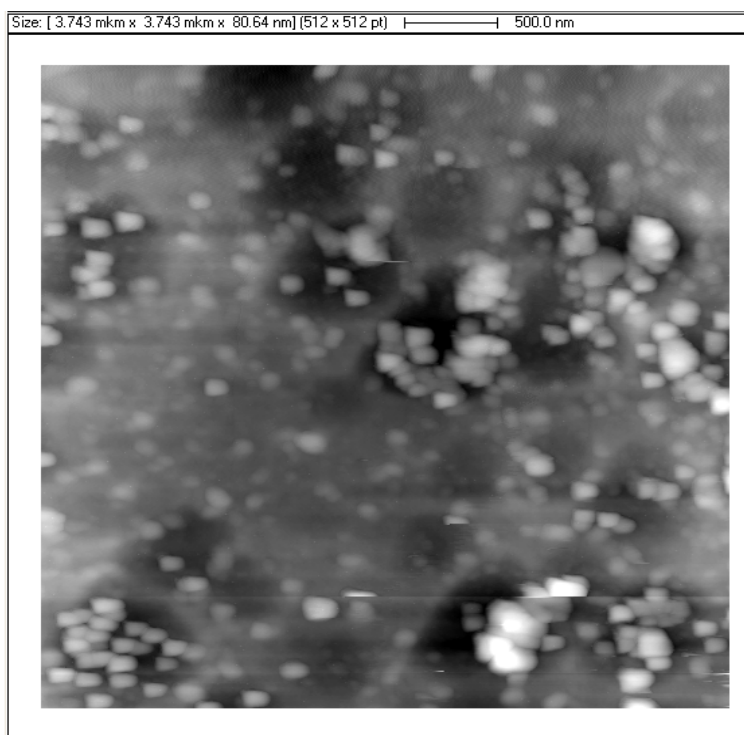


Рис. 1. АСМ изображение кремниевой подложки с выращенными на ней квантовыми точками германия

### Постановка цели научного исследования

Основные цели данной работы заключались в решении задач, связанных с улучшением качества поверхности исходных подложек кремния во время процессов ЖЭ с ИОП, путем подбора технологических составов и режимов химико-динамической полировки и отработкой технологических параметров создания буферных кремниевых слоев, оценением качества полученных поверхностей методом атомно-силовой микроскопии.

### Результаты исследования

В качестве подложечного материала в исследованиях были использованы пластины монокристаллического кремния марки ЭКЭФ п-типа проводимости с кристаллографической ориентацией (111) и удельным сопротивлением  $20 \text{ Ом/см}^2$ , диаметр пластин для выращивания составлял 40 мм. В качестве растворителя использовали олово высокой степени чистоты марки ОЧС-000.

Первым этапом подготовки пластин к процессу заключался в подборе и подготовке травильных смесей для химико-динамической полировки. В результате проведенного литературного анализа для экспериментов были отобраны две стандартные методики: по Дешу [6] и RCA [7].

Подготовка исходной кремниевой подложки по методике RCA заключалась в следующем:

- обезжиривание в ПАВ с последующей промывкой в дистиллированной воде;
- травление в растворе  $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1:1:5$  при  $70^\circ\text{C}$  в течение 15 мин для удаления органических компонентов с последующей промывкой в дистиллированной воде;
- травление в растворе  $\text{HF} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 20$  при выдержке в установке травления 15 с с последующей промывкой в дистиллированной воде;
- травление в течение 15 с в 4,7%-м растворе HF в целях придания поверхности гидрофобных свойств с последующей промывкой в дистиллированной воде.

Подготовка исходной кремниевой подложки по методике Деша заключалась в следующем:

- обезжиривание в моющем растворе (содержащем ПАВ) с последующей промывкой в дистиллированной воде;
- кипячение в изопропиловом спирте с последующей промывкой в дистиллированной воде;
- кипячение в кислотном-перекисном растворе  $\text{HCl} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1:1:4$  в течение 5 мин с последующей промывкой в дистиллированной воде;
- кипячение в аммиачно-перекисном растворе  $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1:1:4$  в течение 5 мин с последующей промывкой в дистиллированной воде;
- травление в растворе  $\text{HNO}_3 : \text{HF} : \text{CH}_3\text{COOH} = 10:1:1$  (травление проводилось до 1 мин) с последующей промывкой в дистиллированной воде.

По каждой из методик было подготовлено три комплекта пластин.

Для проведения экспериментов по формированию буферных слоев и выращиванию многослойных НГЭС с КТ была разработана, изготовлена и налажена специальная лабораторная установка горизонтального типа, включающая в себя нагревательную печь, кварцевый квазигерметичный реактор с рабочей кассетой и оснасткой, блок регулировки температур, газораспределительную систему и вакуумный пост. Установка схематически изображена на рис. 2.

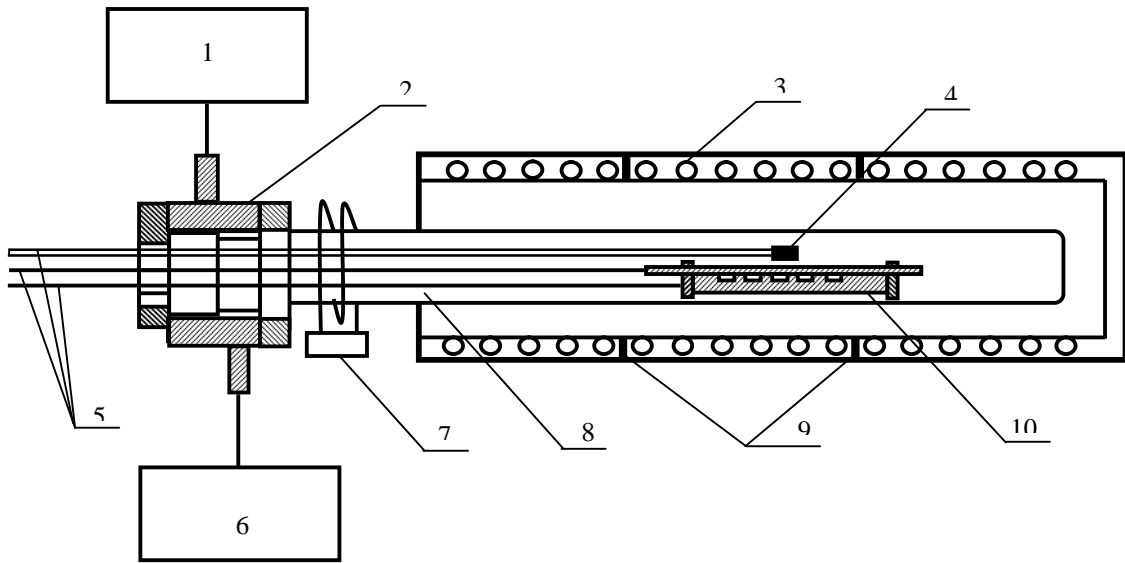


Рис. 2. Схематическое изображение лабораторной установки с собранным реактором: 1 – вакуумный пост; 2 – фланец; 3 – зона нагревателя; 4 – теплоохладитель; 5 – штоки и оснастка; 6 – газораспределительная смесь; 7 – холодильник; 8 – кварцевый реактор; 9 – места расположения термопар; 10 – графитовая кассета

Выращивание буферных слоев и наногетероструктур полупроводниковых соединений из растворов-расплавов производится при помощи разработанной авторами статьи изготовленной графитовой кассеты с двумя слайдерами. Описываемая кассета выращивания относится к пенальному типу контейнеров для проведения эпитаксии из жидкой фазы и изготовлена из графита марки МПГ-8. Кассета позволяет получать многослойные структуры с наноразмерными слоями и квантовыми точками методом импульсного охлаждения подложки более высокого качества, и на подложках разных диаметров и толщин при этом происходит только замена верхнего слайдера. На рис. 3 представлен внешний вид графитовой кассеты в разобранном виде.

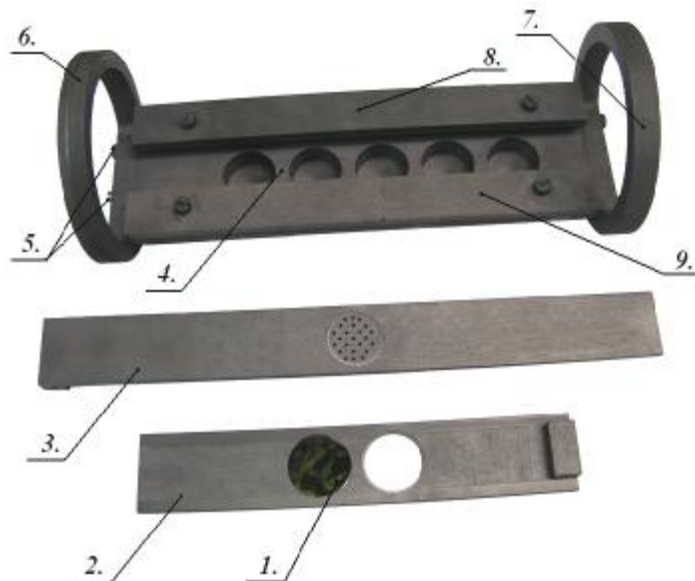


Рис. 3. Внешний вид кассеты выращивания наногетероструктур полупроводниковых соединений с двумя слайдерами

Конструкция кассеты позволяет перемещать подложку 1, установленную в радиальных пазах в подвижном слайдере 2, причем рабочая сторона подложки обращена к емкостям выращивания. Для обеспечения контакта выбранного для роста раствора-расплава с рабочей поверхностью подложки используется технологическая решетка слайдера 3, обеспечивающая возможность выращивания эпитаксиальных слоев с различными свойствами. Корпус кассеты 4 имеет пять емкостей для загрузки твердых растворов-расплавов и снабжен отверстиями для фиксации крепежными болтами 5 упорных колец 6, 7 и прижимных планок 8, 9. Технологическое отверстие в корпусе кассеты рядом с крепежными болтами 5 предназначено для закрепления кассеты в реакторе.

Выращивание гетероструктур осуществлялось в потоке водорода, сгенерированного и очищенного с помощью установки «Хроматэк» производства Россия. Получение водорода в генераторе основано на электрохимическом разложении воды на водород и кислород. Разложение происходит в электролизном модуле под действием электрического тока. Установка снабжена фильтром осушки, заполненным цеолитом, фильтром очистки воды от механических примесей и ионообменным фильтром, который нейтрализует кислотность воды, возникшую при работе генератора. Чистота получаемого водорода порядка 99,9995 %, содержание влаги не превышает 0,007 мг/л, а кислорода - меньше 0,002 об. %.

В предварительно отожженную кассету помещались кремниевые подложки, подготовленные по различным методикам и навески олова, после чего кассета помещалась в квазигерметичный кварцевый реактор, который вакуумировался до остаточного давления  $5 \times 10^{-3}$  мм рт. ст. Реактор размещался в печном блоке, который выводился на необходимый для выращивания буферного слоя температурный режим, подобранный исходя из изучения фазовой диаграммы состояния олово - кремний. После выхода печного блока на заданный температурный режим (температура полки  $-700$  °C) ампула заполнялась водородом. После этого в течение 30 мин проводилась выдержка для выравнивания температурного режима в реакторе. Затем включалось охлаждение со скоростью  $3$  °C/мин, и при достижении температуры  $680$  °C наносился раствор олова на исходные подложки. При дальнейшем охлаждении происходили процессы растворения и осаждения кремния на рабочей поверхности подложки из перенасыщенного оловянного раствора расплава. При температуре (на кассете)  $400$  °C была сделана часовая выдержка, и раствор-расплав был снят с подложки с выращенным буферным слоем, после чего охлажден печной блок в выключенном режиме. Процесс формирования буферного слоя на кремниевых подложках можно выразить в виде циклограммы, приведенной на рис. 4.

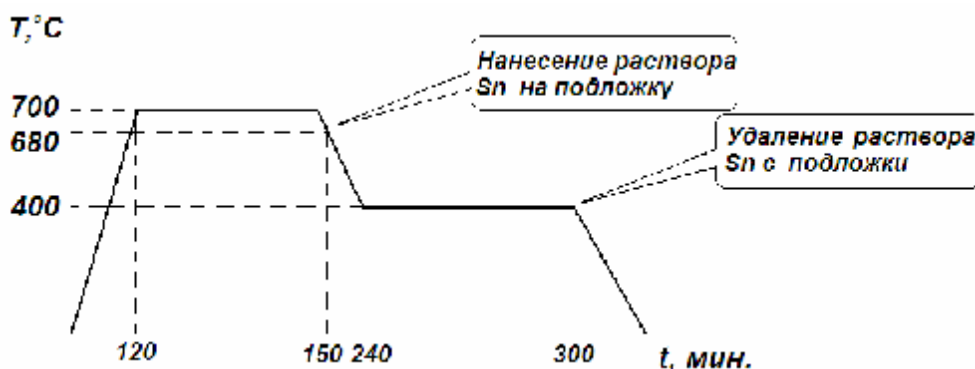


Рис. 4. Циклограмма процесса выращивания буферного кремниевого слоя на подложке кремния из оловянных растворов-расплавов

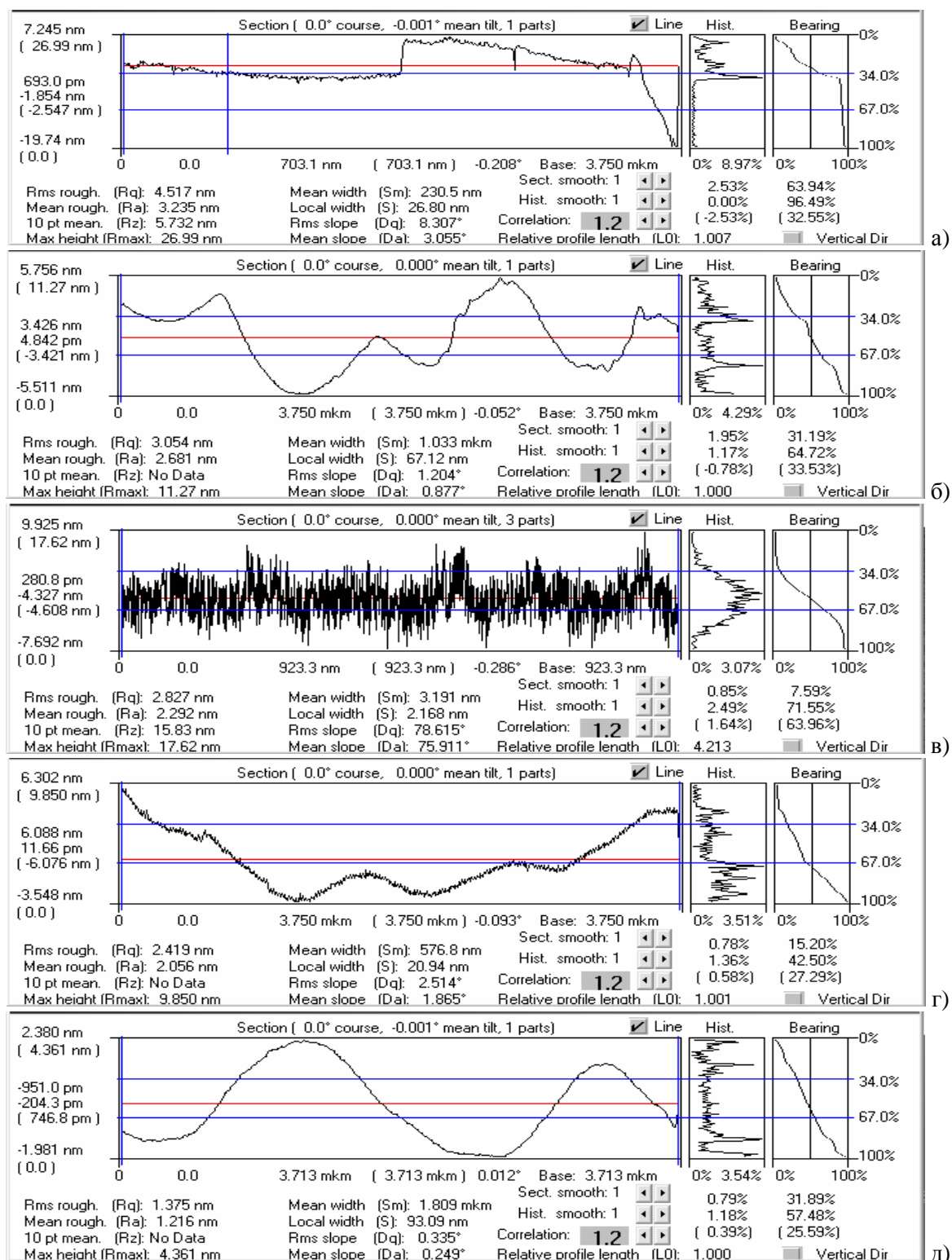


Рис. 5. Усредненная топография поверхности подложек на линейном отрезке 3,7 мкм: а – исходная кремниевая подложка; б – подложка после химико-динамической полировки по RCA; в - подложка после химико-динамической полировки по Дешу; г – подложка после химико-динамической полировки по Дешу с выращенным буферным слоем; б – подложка после химико-динамической полировки по RCA с выращенным буферным слоем

Остатки олова с полученных буферных слоев удалялись путем отмычки в слабом водном растворе азотной кислоты. Наличие олова на подложке проверялось методом рентгено-флуоресцентного анализа.

Морфология поверхности полученных образцов исследовалась с помощью микроскопа СММ-2000 производства ЗАО «Протон-МИЭТ» г. Зеленоград, Россия, в режиме атомно-силовой микроскопии [8]. Исследовались пластины, полученные в процессе ЖЭ, имеющие буферный слой, и пластины исходного материала до химико-динамической обработки и после нее. Исследуемый образец выкалывался из исследуемых пластин, после чего крепился с помощью двухстороннего скотча на держатель образцов микроскопа. Сканирование проводилось мягкими кантилеверами марки MSCT фирмы Veeco, USA. Результаты исследования приведены на рис. 5.

На рис. 5, а представлена усредненная топография поверхности исходной кремниевой пластины до процессов химико-динамической полировки поверхности. Из рисунка видно, что максимальный перепад текстуры поверхности составляет порядка 30 нм на линейном отрезке в 3,7 мкм. Средняя шероховатость поверхности составила 3,2 нм. На рис. 5, б и 5, в представлена усредненная топография поверхности кремниевой пластины после проведения процессов химико-динамической полировки исходных пластин по методике RCA и Деша соответственно. Из рис. 5, а, б, в следует, что максимальный перепад текстуры поверхности составляет 11 нм и 18 нм соответственно, а средняя шероховатость составила 2,6 нм и 2,4 нм на линейном отрезке в 3,7 мкм. Обе методики химико-динамической подготовки значительно улучшили морфологию поверхности исходной кремниевой подложки, средняя шероховатость в полученных образцах находится практически на одном уровне в пределах погрешности метода измерения, а максимальный перепад по текстуре значительно отличается в пользу методики RCA.

На рис. 5, г и 5, д представлена усредненная топография поверхности кремниевой пластины после проведения процессов химико-динамической полировки исходных пластин по методике Деша и RCA соответственно, после формирования на них буферного кремниевого слоя при одинаковых технологических условиях. Максимальный перепад текстуры поверхности на этих образцах составляет 10 нм и 4 нм соответственно, а средняя шероховатость 2,0 нм и 1,2 нм на линейном отрезке в 3,7 мкм. Из обработки полученных данных можно сделать вывод, что предпочтение при химико-динамической подготовке поверхности исходной кремниевой подложки при выращивании по вышеописанной технологии буферных слоев мы отдаем методике RCA.

### Выводы

В данной работе определено, что исходная пластина кремния, имеющая визуально зеркальную поверхность, при исследовании методом атомно-силовой микроскопии на наноуровне имеет ряд дефектов, средняя шероховатость поверхности на сканированном участке длиной 3,7 мкм составила 3,2 нм, максимальный перепад по текстуре поверхности – 30 нм.

Была проведена химико-динамическая полировка исходной кремниевой пластины по двум стандартным методикам, в результате чего был снят нарушенный слой, образовавшийся после резки и химико-механической полировки, значительно улучшена морфология исходной поверхности. Шероховатость поверхности на сканированном участке длиной 3,7 мкм для методики по Дешу составила 18 нм, а для методики по RCA – 11 нм, при средней шероховатости порядка 2,5 нм.

В процессе ЖЭ отработаны оптимальные режимы выращивания буферного эпитаксиального слоя кремния из перенасыщенных оловянных растворов-расплавов. Остатки олова удалялись с пластины путем отмывки в слабом водном растворе азотной кислоты. Наличие олова на пластине проверялось методом рентгено-флуоресцентного анализа. При исследовании образца на СММ-2000 средняя шероховатость поверхности на сканированном участке длиной 3,7 мкм составила 1,2 нм, а максимальный перепад по текстуре поверхности – 4 нм при оптимальной подготовке поверхности химико-динамической полировкой по RCA. Полученные результаты, на наш взгляд, являются достаточными для процессов дальнейшего выращивания качественных НГЭС с КТ на кремниевых подложках с полученными буферными слоями, подготовленными по вышеописанным методикам.

### **ПІДГОТОВКА КРЕМНІЄВИХ ПІДКЛАДОК ДЛЯ ВИРОЩУВАННЯ КВАНТОВОРОЗМІРНИХ СТРУКТУР МЕТОДОМ РІДИННОФАЗНОЇ ЕПІТАКСІЇ**

**С.В. Бондарець, С.Ю. Биковський, В.В. Довгаленко, І.І. Марончук**

Розглянуті можливості підготовки поверхні вихідних пластин кремнію до процесів вирощування наногетероепітаксiальних структур з квантовими точками методом рідинно-фазної епітаксії з імпульсним охолодженням підкладки. Підбрано стандартні методики підготовки вихідних кремнієвих пластин шляхом хіміко-динамічного полірування. У процесі рідинно-фазної епітаксії відпрацьовані оптимальні режими вирощування буферного епітаксiйного шару кремнію з перенасичених олов'яних розчинів-розплавів на підкладках з різним ступенем якості підготовки, достатнім для процесів подальшого вирощування квантоворозмірних структур. Надані результати дослідження на мультимікроскопі СММ-2000 в режимі атомно-силової мікроскопії зразків: вихідного матеріалу, після хіміко-динамічного полірування за різними методиками, з отриманими методом рідинно-фазної епітаксії буферними шарами.

### **SILICON SUBSTRATES PREPARATION for the QUANTUM-DIMENSIONAL STRUCTURES CULTIVATION by the LIQUID-PHASE EPITAXY METHOD**

**S. Bondarets, S. Bykovsky, V. Dovgalenko, I. Maronchuk**

The possibilities of the initial surface preparation of outflow silicon wafers to the growing processes of nanoheteroepitaxial structures with quantum dots by liquid-phase epitaxy with the pulsed cooling of the substrate have been considered. The standard methods of the outflow silicon wafers preparation by the chemical-dynamic polishing were selected. In the process of liquid-phase epitaxy the optimal regimes of the buffer epitaxial silicon layer growing from the tin supersaturated solution melts on substrates with the different quality degree preparation sufficient for the further growing of quantum-dimensional structures were perfected. The researches with multi-microscope SMM-2000 use in the atomic-force microscopy specimens' mode: of the outflow material after chemical-dynamic polishing using the different methods, with obtained by liquid-phase epitaxy buffer layers have been resulted.

### **Список использованных источников**

1. *Моисеев К.Д.* Письма в ЖТФ. / К.Д. Моисеев [и др.]. – 2007. – Т. 33. – С. 50.
2. *Алферов Ж.И.* История и будущее полупроводниковых гетероструктур / Ж.И. Алферов // ФТП. - 1998. – Т. 32. – Вып. 1. – С. 3 – 18.
3. Пат. 94699 Україна UA. - № Кл. С 30В 19/00, С 30В 29/00, Н 01L 21/20. Спосіб вирощування епітаксiйних наногетероструктур з масивами квантових точок / І.Є. Марончук, Т.Ф. Кулюткіна, І.І. Марончук.; замовник та правовласник СНУАЄтаП.; замов. 20.09.2010; опуб. 10.06.2011, Бюл. № 5.
4. *Леденцов Н.Н.* Гетероструктуры с квантовыми точками: получение, свойства, лазеры: обзор / Н.Н. Леденцов [и др.] // Физика и техника полупроводников. – 1998. – Т. 32. – № 4. – С. 385 – 410.



5. *Марончук И.И.* Оценивание качества морфологии исходных подложек и структур с незарощенными квантовыми точками методом атомно-силовой микроскопии / И.И. Марончук [и др.] // Зб. наук. пр. СНУЯЕтаП. – Севастополь: СНУЯЭиП, 2013. – Вып. 1 (45). – С. 144 – 150.

6. *Shwartz B.* The production technology of semi-conductor structures / B. Shwartz, H. Robbins // J. Electrochem. Soc. – 1976. – V. 1906. – 123 p.

7. *Kern W.* The evolution of silicon wafer cleaning technology / W. Kern // J. Electrochem. Soc. 1990. – V. 137. – № 6. – P. 1887 – 1890.

8. *Логвинов Б.А.* Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия: пособие по работе на микроскопе СММ-2000 / Б.А. Логвинов. – М.: ГОУ МИФИ (ГУ). – 2006. – 92 с.

Надійшла до редакції 12.06.20013 р.

УДК 621.3.048.004.58

## **РАЗРАБОТКА ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ И ИССЛЕДОВАНИЯ ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ ИЗОЛЯЦИИ СЕТЕВОГО ЭЛЕКТРООБОРУДОВАНИЯ НА ЧАСТИЧНЫЕ РАЗРЯДЫ МЕТОДОМ ИМПУЛЬСНОЙ ГЕНЕРАЦИИ РЕЗОНАНСНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ**

**А.А. Крюковский, Л.Я. Патрикеев**

*Севастопольский национальный университет ядерной энергии и промышленности*

Рассматривается способ получения высоковольтных испытательных импульсов при помощи автономного генерирующего устройства быстродействующей коммутации постоянного тока в цепи RLC.

### **Введение**

В настоящее время в практике оценки состояния изоляции электрооборудования большое внимание уделяется разработке и внедрению методов и средств неразрушающего контроля. Это обуславливается тем, что большая доля электрооборудования, находящегося в эксплуатации, исчерпала или исчерпывает ресурс изоляции и связи с этим возникает острая необходимость в оценке состояния изоляции щадящими методами диагностики. То есть классические методы испытания изоляции повышенным напряжением (5-6-кратным относительно номинального напряжения электроустановки) в данной ситуации могут привести к повреждениям изоляции в самом процессе испытания. При длительном приложении напряжения такой величины к ослабленной изоляции напряженности электрического поля достаточно для повреждения ослабленной изоляции.

Поэтому все чаще возникают вопросы о переходе от испытаний к мероприятиям диагностики, при которых изоляция не подвергается разрушениям. Такие диагностические мероприятия проводятся при приложении испытательного напряжения, незначительно превышающего рабочее напряжение. Одним из методов неразрушающего контроля является метод диагностики по уровню частичных разрядов (ЧР). Частичные раз-