= ФОТОЭЛЕКТРОНИКА =

УДК 621.315.592

PACS: 81.65.Cf, 81.40.Pq.

### Применение полировальных суспензий на основе поликристаллического алмаза детонационного синтеза в высокопрецизионных процессах обработки соединения кадмий-цинк-теллур

А. А. Трофимов, О. А. Ухабин, А. С. Смирнов, С. А. Курепин, И. А. Денисов, А. Е. Гончаров, А. А. Новикова, М. О. Можаева, К. А. Гладышева, А. М. Косякова, В. А. Малыгин, С. А. Кузнецова, В. А. Улькаров, И. Д. Размахнин

Приведены результаты исследования поверхности образца кадмий-цинк-теллур после обработки различными суспензиями детонационных алмазных порошков. Показано, что применение полировальных суспензий на основе поликристаллического алмаза детонационного синтеза отечественного производства в части получения качества полированной поверхности не уступает импортным аналогам.

*Ключевые слова:* кадмий-цинк-теллур, поликристаллический алмаз детонационного синтеза, оптический микроскоп, шероховатость поверхности.

DOI: 10.51368/2307-4469-2022-10-5-459-468

#### Введение

Твердый тройной раствор кадмий-цинктеллур (КЦТ) находит свое применение в качестве подложки для эпитаксиального роста соединения кадмий-ртуть-теллур, который в свою очередь является основой для широкого ряда ИК-детекторов [1, 2]. Требования, предъявляемые к подготовке подложек для после-

**Трофимов Александр Александрович**<sup>1</sup>, зам. нач. производства, к.т.н. E-mail: aa-trofimov@yandex.ru

Ухабин Олег Александрович<sup>2</sup>, зам. ген. дир. по производству.

Смирнов Александр Сергеевич<sup>2</sup>, помощник зам. ген. дир. по производству, д.т.н.

Курепин Сергей Александрович<sup>2</sup>, руководитель сектора маркетинговых исследований.

Денисов Игорь Андреевич<sup>3</sup>, нач. лаб. полупроводниковых соединений А<sup>2</sup>В<sup>6</sup>, к.т.н.

Гончаров Андрей Евгеньевич<sup>1</sup>, инженер 1-й кат. Новикова Анастасия Андреевна<sup>1</sup>, инженер-химик. Можаева Мария Олеговна<sup>1</sup>, инженер 2-й кат. Гладышева Кристина Анатольевна<sup>1</sup>, инженер.

Косякова Анастасия Михайловна<sup>1,4</sup>, инженер 2-й кат. Малыгин Владислав Анатольевич<sup>1</sup>, инженер 2-й кат. Кузнецова Светлана Александровна<sup>1</sup>, инженер 2-й кат. Улькаров Вадим Айратович<sup>1</sup>, инженер 2-й кат. дующего эпитаксиального роста высоки. Одной из составляющих, имеющих влияние на свойства поверхности подложки, является процесс обработки – шлифование/полирование. Для получения хорошего изображения ИКприбором ключевыми факторами, помимо качества кристаллической структуры, являются плоскостность и рельеф поверхности, а также минимальной высоты шероховатость [3].

Размахнин Иван Дмитриевич<sup>1</sup>, инженер 2-й кат. <sup>1</sup> АО «НПО «Орион». Россия, 111538, Москва, ул. Косинская, 9. <sup>2</sup> АО «ГосНИИмаш». Россия, 606002, Нижегородская область, г. Дзержинск, пр. Свердлова 11 «А». <sup>3</sup> АО «Гиредмет». Россия, 111524, Москва, Электродная ул., 2, стр. 1. <sup>4</sup> Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет). Россия, 141701, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., 9.

Статья поступила в редакцию 01 сентября 2022 г.

© Трофимов А. А., Ухабин О. А., Смирнов А. С., Курепин С.А., Денисов И.А., Гончаров А. Е., Новикова А. А., Можаева М. О., Гладышева К. А., Косякова А. М., Малыгин В. А., Кузнецова С. А., Улькаров В. А., Размахнин И.Д., 2022 В настоящей работе полировальные суспензии импортного и отечественного производства применялись для обработки фрагмента КЦТ, имеющего кристаллографическую ориентацию (111) и изготовленного из слитка, выращенного методом Бриджмена в АО «Гиредмет» [4, 5].

Полировальные суспензии отечественного производства представляют из себя водногликолевые (водно-масляные) суспензии на основе мелкодисперсного поликристаллического алмаза детонационного синтеза, изготовленные в АО «Государственный научноисследовательский институт машиностроения им. В. В. Бахирева», который является единственным в России производителем детонационных алмазных порошков микронных и субмикронных размеров. Детонационный алмаз синтезируется в реакторах, разработанных в АО «ГосНИИмаш» [6]. Отработанная годами технология взрывного синтеза и контроль на всех стадиях производственного процесса, позволяют получать воспроизводимое качество детонационного алмаза [7, 8]. Материал имеет поликристаллическую структуру, каждая частица состоит из большого количества наноразмерных монокристаллических блоков с высокой плотностью дислокаций и обладает множеством режущих кромок (рис. 1). В процессе применения при разрушении частиц режущие кромки воспроизводятся, что обеспеабразивной чивает сочетание высокой способности и чистоты обрабатываемой поверхности. Данный абразивный материал предназначен для применения в высокопрецизионных процессах полирования, характеризуется высокой производительностью по съему материала, высоким качеством поверхности и стабильностью процесса. Одним из типичных применений является полирование полупроводниковых материалов различной твердости [9].



Рис. 1. Фотографии алмазов детонационного синтеза фракции 2,8, полученные на электронном микроскопе при различном увеличении

## Экспериментальные результаты и обсуждение

Целью работы являлось исследование возможности замены импортных полировальных суспензий на составы отечественного производства. Для этого была проведена серия процессов полирования на различных типах суспензий и последующее исследование поверхности образца.

Для проведения апробации был выбран образец: фрагмент КЦТ площадью около 3,5 см<sup>2</sup>, приклеенный на стеклянный дискноситель.

Шлифование и полирование осуществлено на прецизионной установке Logitech PM-5. Это научно-исследовательская многофункциональная установка, позволяющая обрабатывать различные типы материалов с различной точностью при помощи широкого ассортимента абразивных порошков и суспензий, а также шлифовальных/полировальных дисков и тканей. Обработка происходит свободным абразивом и является односторонней. Измерение толщины обрабатываемого фрагмента, а также оценка плоскостности и геометрии поверхности производились при помощи неконтактного измерителя толщины Logitech NCG-2 в четырех точках фрагмента, как представлено в таблице.

Таблица

Точка измерений Этап	А	В	С	D	Расположение точек измерения на пластине
Исходная толщина	1068	1066	1066	1068	
Шлифование 1	1060	1060	1061	1061	A
Полирование 1	1053	1053	1053	1053	вс)
Полирование 2	1039	1039	1039	1039	D
Полирование 3	1021	1021	1021	1021	

Результаты измерений толщины обрабатываемого фрагмента КЦТ в ходе межоперационного контроля

Режимы обработки пластин, выбранные после отработки:

• шлифование № 1 – материал шлифовального диска: стекло; абразивная шлифовальная суспензия: 3 мкм Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + деионизованная вода (10–15 % раствор); нагрузка на образец: 85 гр/см<sup>2</sup>; скорость вращения шлифовального диска: 10 об/мин; время обработки: 5 мин.

• полирование № 1 – материал шлифовального диска: ткань Alupol-Plus (MetCata), рекомендованная для абразивов ≤1 мкм; полировальная суспензия: 1 мкм Diamond Poly-topduo (MetCata); нагрузка на образец: 85 гр/см<sup>2</sup>; скорость вращения полировального диска: 30 об/мин; время обработки: 15 мин.

• полирование № 2 – материал шлифовального диска: ткань Alupol-Plus (MetCata); полировальная суспензия поликристаллического алмаза DPM 0-1 (зерно 0,5–0,9 мкм); нагрузка на образец: 85 гр/см<sup>2</sup>; скорость вращения полировального диска: 30 об/мин; время обработки: 15 мин.

• полирование № 3 – материал шлифовального диска: ткань Alupol-Plus (MetCata); полировальная суспензия поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 (зерно 0,2–0,5 мкм); нагрузка на образец: 85 гр/см<sup>2</sup>; скорость вращения полировального диска: 30 об/мин; время обработки: 20 мин. Шлифование № 1 производилось с целью снятия материала для повышения чистоты полировального эксперимента, а также для обеспечения перед операцией полирования максимально плоской геометрии поверхности образца. В качестве абразивной шлифовальной суспензии применялся 10–15 % раствор в деионизованной воде кальцинированного Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с размером зерна абразива 3 мкм.

Полирования производились каждый раз на новой полировальной ткани Alupol-Plus рекомендованной для полирования при помощи алмазных полировальных суспензий размерностью ≤ 1 мкм.

Полирование № 1 проведено на суспензии Diamond Suspension Poly-top-duo 1 мкм, производства компании MetCata, стандартно используемой в производстве матричных фоточувствительных модулей в АО «НПО «Орион». После полирования произведена первичная отмывка деионизованной водой. Результаты измерений шероховатости поверхности производились при помощи профилометра Bruker Dektak XT:  $R_a = 6$  нм на длине 5 мм.

Полирование № 2 проведено на суспензии поликристаллического алмаза DPM 0-1 с размером зерна абразива 0,5–0,9 мкм. После полирования произведена первичная отмывка деионизованной водой. Результаты измерений шероховатости поверхности при помощи профилометра Bruker Dektak XT:  $R_a = 5,6$  нм на длине 5 мм;  $R_a = 4,2$  нм на длине 3 мм.

Полирование № 3 проведено на суспензии поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 с размером зерна абразива 0,2–0,5 мкм. После полирования произведена первичная отмывка деионизованной водой. Результаты измерений шероховатости поверхности при помощи профилометра Bruker Dektak XT:  $R_a = 3,6$  нм на длине 3 мм.

После полирования № 3 образец был отклеен от стеклянного диска-носителя, произведена отмывка образца по стандартной технологии отмывки фоточувствительных модулей на основе InSb, применяемой в производстве AO «НПО «Орион», при следующих условиях последовательно:

• диметилформамид при 115 °С до кипения;

• толуол + изопропиловый спирт (1:1) при 115 °С в течение 30 мин.

В результате отмывки очистка поверхности образца от следов суспензии не достигается. Предположительно это может быть вызвано наличием в представленной на апробацию суспензии олеиновой кислоты, являющейся маслянистой и нерастворимой в воде. В серийном производстве АО «НПО «Орион» используются полировальные суспензии на основе деионизованной воды с незначительным добавлением этиленгликоля при необходимости для обеспечения устойчивой взвеси абразивного мелкодисперсного порошка в растворе, и технология отмывки изделий после полирования адаптирована и отработана для удаления компонентов таких суспензий с поверхности образцов.

Для получения чистого участка поверхности часть образца была отмыта с помощью ватного тампона с ацетоном ОСЧ и последующей отмывкой.

На рис. 2 представлены фотографии фрагмента КЦТ кристаллографической ориентации (111) площадью около 3,5 см<sup>2</sup> после полирования суспензией поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 и последующей отмывки. Виден участок, подвергнутый воздействию ватного тампона с ацетоном ОСЧ и оставшиеся загрязнения (рис. 2a), а также фото отражения окружающей среды на полированном фрагменте для визуальной оценки качества полирования (рис.  $2\delta$ ).



Рис. 2. Фотография фрагмента тройного твердого соединения кадмий-цинк-теллур кристаллографической ориентации (111) площадью около 3,5 см<sup>2</sup> после полирования суспензией поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 и последующей отмывки: а) – участок отмытый с помощью ватного тампона с ацетоном OCЧ и оставшиеся загрязнения; б) – фото отражения окружающей среды

Результаты исследования образца на микроскопе Nikon Eclipse LV150 после полирования № 3 и отмывки представлены на рис. 3 и 4. Фото поверхности образца КЦТ кристаллографической ориентации (111) полированной при использовании суспензии поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 сделаны в темном поле. Визуально наблюдаются множественные хаотичные царапины характерные для механического полирования на используемом типе полировального материала, исключающего внедрение частиц абразива в полировальный материал.



Рис. 3. Следы обработки суспензией поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5



Рис. 4. Следы обработки суспензией поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5

Результаты исследования образца на атомно-силовом микроскопе Ntegra Maximus после полирования  $\mathbb{N}_{2}$  3 и отмывки представлены на рис. 5–8. Измерения шероховатости участка поверхности образца КЦТ кристаллографической ориентации (111) полированной при использовании суспензии поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 выполнены на различной длине ( $R_a$ ), а также по площади ( $S_a$ ). Также по представленным иллюстрациям

видно отсутствие перепадов рельефа поверхности, что подтверждает измерения толщины фрагмента при помощи неконтактного измерителя толщины NCG-2 по четырем точкам A-D и свидетельствует о том, что полирование при использовании суспензии поликристаллического алмаза (выполненное в данном исследовании в совокупности более 35 мин) не нарушает геометрию поверхности, заданную при шлифовании.



Рис. 5. Измерение шероховатости участка образца на длине 26 мкм. R<sub>a</sub> = 1,55 нм



Рис. 6. Измерение шероховатости участка образца на длине 5 мкм. Ra = 1,19 нм



Рис. 7. Измерение шероховатости участка образца на длине 20 мкм. R<sub>a</sub> = 1,72 нм



Рис. 8. Оценка поверхности участка образца на площади 30×30 мкм. Sa = 2,04 нм

Результаты исследования образца на контактном профилометре Bruker Dektak XT после полирования № 3, отмывки и после измерения на бесконтактном атомно-силовом микроскопе представлены на рис. 9. Измерение шероховатости произведено на длине 43 мкм (область на графике выделена красным) и значение  $R_a$  составило 1,94 нм, что согласуется со значениями, полученными при измерениях на атомносиловом микроскопе. Произведенные измерения шероховатости образца на контактном профилометре до отмывки дали значение  $R_a = 3,6$  нм на длине 3 мм. Учитывая разницу в длинах измерения, а также измерения до отмывки и после, можно сказать, что значения шероховатости коррелируют друг с другом.



Рис. 9. Измерение шероховатости участка образца на длине 43 мкм. R<sub>a</sub> = 1,94 нм

Результаты исследования образца на оптическом профилометре Sensofar после полирования № 3 и отмывки представлены на рис. 10. Измерение шероховатости произведено на длине 127 мкм и значение  $R_a$  составило 2,62 нм.



Рис. 10. Измерение шероховатости участка образца на длине 127 мкм. Ra = 2,6 нм

На рис. 11 представлено сравнение изображений поверхностей образцов КЦТ кристаллографической ориентации (111), полученных с помощью атомно-силового микроскопа. На рис. 11*а* изображена поверхность полированная при помощи суспензии поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 ( $S_a = 2,04$  нм), а на рис. 116 — поверхность полированная при помощи импортной суспензии Chemlox Logitech ( $S_a = 2,16$  нм), в которой в качестве абразива выступает субмикронный Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



Рис. 11. Сравнение поверхностей образцов КЦТ кристаллографической ориентации (111): а) – полированной при помощи суспензии поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 ( $S_a = 2,04$  нм); б) – полированной при помощи суспензии Chemlox Logitech ( $S_a = 2,16$  нм)

#### Выводы

Полирование с помощью представленных на апробацию алмазных суспензий не нарушает геометрию образца, заданную на операциях шлифования. Суспензия поликристаллического алмаза DPM 0-1 на операции полирования успешно поддерживает заданную геометрию образца и в этом аналогична суспензии Diamond Suspension Poly-top-duo 1 мкм, производства компании MetCata.

Вместе с тем отмечается увеличенная почти в 2 раза скорость съёма материала на суспензии поликристаллического алмаза DPM 0-1 в сравнении с суспензией Diamond Suspension Poly-top-duo 1 мкм, производства компании MetCata при неизменных остальных условиях. Вероятно, это вызвано повышенной концентрацией поликристаллического алмаза в представленной на апробацию суспензии по сравнению с суспензией производства компании MetCata.

Результаты измерений шероховатости поверхности образца при помощи контактного профилометра после полирования № 1 (суспензия Diamond Suspension Poly-top-duo 1 мкм) и после полирования № 2 (суспензия поликристаллического алмаза DPM 0-1) практически одинаковы. Отмечается улучшение шероховатости поверхности образца на 7 %.

Таким образом, по своим рабочим характеристикам полировальная суспензия поликристаллического алмаза DPM 0-1 идентична используемой в производстве АО «НПО «Орион» суспензии Diamond Suspension Poly-top-duo 1 мкм, производства компании MetCata, что подтверждено измерениями шероховатости, а также оценкой плоскостности и геометрии поверхности образца КЦТ.

Полирование № 3 с помощью суспензии поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 также не нарушает исходную геометрию образца.

При исследовании под микроскопом выявлена картина характерная для полировальной суспензии с субмикронным абразивом – множественные хаотичные царапины, по ширине находящиеся в допустимых пределах для данного размера зерна абразива.

Измерения шероховатости на механически очищенном участке образца КЦТ после полирования № 3 показывают стабильные значения для полировальной суспензии с субмикронным абразивом. Рельеф практически без перепадов, однородный. Достигнутые значения шероховатости удовлетворительные, а перепады высот

несколько нивелируются при последующей операции финишного полирования с помощью полирующего химического травителя.

Значения шероховатости, измеренные при помощи атомно-силового микроскопа, контактного профилометра и оптического профилометра на различных длинах, довольно близки для различных типов измерительных приборов, незначительные отклонения вызваны особенностями измерительного оборудования.

Сравнение полученных с помощью атомносилового микроскопа изображений поверхности образца КЦТ кристаллографической ориентации (111), полированной при помощи представленной на апробацию суспензии поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5, с аналогичным образцом того же материала, полированного ранее при помощи суспензии Chemlox Logitech, в которой в качестве полирующего абразива выступает субмикронный Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а также сравнение значений шероховатости поверхностей этих полированных образцов позволяет сделать вывод, что представленная на апробацию суспензия поликристаллического алмаза DPM 0,1-0,5 в части получения качества полированной поверхности не уступает импортному аналогу, выпускаемому производителем установки шлифования и полирования Logitech.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Бурлаков И. Д., Болтарь К. О., Кузнецов С. А., Пономаренко В. П. / Мат. XXVI Междунар. науч.-техн. конф. по фотоэлектронике и приборам ночного видения. (Москва. 2022). С. 18.

2. Якушев М. В., Зверев А. В., Сидоров Г. Ю. / Мат. XXVI Междунар. науч.-техн. конф. по фотоэлектронике и приборам ночного видения. (Москва. 2022). С. 20.

3. Трофимов А. А., Денисов И. А., Смирнова Н. А., Шабрин А. Д., Гончаров А. Е., Новикова А. А., Можаева М. О., Гладышева К. А., Косякова А. М., Малыгин В. А., Кузнецова С. А., Ильинов Д. В., Суханова А. С. // Успехи прикладной физики. 2022. Т. 10. № 3. С. 289.

4. Гришечкин М. Б., Денисов И. А., Силина А. А., Шматов Н. И. // Цветные металлы. 2016. № 12. С. 50.

5. Grishechkin M. B., Denisov I. A., Silina A. A., Shmatov N. I. // Non-Ferrous Metals. 2016. № 2. P. 23.

6. Кузнецов И. А. Ларюшина Н. Н., Смирнов А. С. и др. / Патент РФ № 2671731, 11.08.2017. Устройство для синтеза сверхтвердых материалов.

7. Энергетические конденсированные системы / од ред. Б. П. Жукова. – «Янус-К», 1999.

8. ТУ 321212-001-07512007-2019 Микропорошок алмазный поликристаллический детонационный. – АО «ГосНИИмаш».

9. Мирофянченко Е. В., Мирофянченко А. Е., Попов В. С. // Прикладная физика. 2020. № 2. С. 46.

#### PACS: 81.65.Cf, 81.40.Pq.

# Application of polishing suspensions based on polycrystalline diamond detonation synthesis in high-precision processing of cadmium-zinc-telluride

A. A. Trofimov<sup>1</sup>, O. A. Ukhabin<sup>2</sup>, A. S. Smirnov<sup>2</sup>, S. A. Kurepin<sup>2</sup>, I. A. Denisov<sup>3</sup>, A. E. Goncharov<sup>1</sup>, A. A. Novikova<sup>1</sup>, M. O. Mozhaeva<sup>1</sup>, K. A. Gladysheva<sup>1</sup>, A. M. Kosyakova<sup>1,4</sup>, V. A. Malygin<sup>1</sup>, S. A. Kuznetsova<sup>1</sup>, V. A. Ul'karov<sup>1</sup>, and I. D. Razmakhnin<sup>1</sup>

> <sup>1</sup> Orion R&P Association, JSC
>  9 Kosinskaya st., Moscow, 111538, Russia E-mail: aa-trofimov@yandex.ru

<sup>2</sup> "GosNIImash" 11 «A», Sverdlov Ave., Dzerzhinsk, 606002, Russia

<sup>3</sup> GIREDMET 2/1 Electrodnaya st., Moscow, 111524, Russia

<sup>4</sup> Moscow Institute of Physics and Technology
9 Institutskiy per., Dolgoprudny, Moscow Region, 141701, Russia

Received September 01, 2022

The results of research the surface of a cadmium-zinc-telluride fragment after treatment with various suspensions of detonation diamond powders are presented. It is shown that application of polishing suspensions based on polycrystalline diamond of detonation synthesis in terms of obtaining the quality of a polished surface is not inferior to imported analogues.

Keywords: cadmium zinc telluride, DPM, optical microscope, surface roughness.

DOI: 10.51368/2307-4469-2022-10-5-459-468

#### REFERENCES

1. I. D. Burlakov, K. O. Boltar, S. A. Kuznetsov, and V. P. Ponomarenko, in *Proc. Materialy XXVI Mezhduna-rodnoj nauchno-tekhnicheskoj konferencii po foto-elektronike i priboram nochnogo videniya* (Moscow, 2022), p. 18.

2. M. V. Yakushev, A. V. Zverev, and G. Yu. Sidorov, in *Proc. Materialy XXVI Mezhduna-rodnoj nauchnotekhnicheskoj konferencii po fotoelektronike i priboram nochnogo videniya* (Moscow, 2022), p. 20.

3. A. A. Trofimov, I. A. Denisov, N. A. Smirnova, A. D. Shabrin, A. E. Goncharov, A. A. Novikova, M. O. Mozhaeva, K. A. Gladysheva, A. M. Kosyakova, V. A. Malygin, S. A. Kuznetsova, D. V. Il'inov, and A. S. Sukhanova, Usp. Prikl. Fiz. **10** (3), 289 (2022). 4. M. B. Grishechkin, I. A. Denisov, A. A. Silina, and N. I. Shmatov, Tsvetnye metally, No. 12, 50 (2016).

5. M. B. Grishechkin, I. A. Denisov, A. A. Silina, and N. I. Shmatov, Non-Ferrous Metals, No. 2, 23 (2016).

6. I. A. Kuznetsov, N. N. Laryushina, A. S. Smirnov et al., Patent RF № 2671731, 11.08.2017. Ustroistvo dlya sinteza sverkhtverdykh materialov.

7. Energeticheskie kondensirovannye sistemy, Pod red. B. P. Zhukova. («Yanus-K», 1999).

8. TU 321212-001-07512007-2019 Mikroporoshok almaznyi polikristallicheskii detonatsionnyi. (AO «Gos-NIImash»).

9. E. V. Mirofyanchenko, A. E. Mirofyanchenko, and V. S. Popov, Applied Physics, No. 2, 46 (2020) [in Russian].