

热管理用 3 英寸硅衬底金刚石薄膜的制备

杨志亮¹, 杨 璠¹, 刘 鹏¹, 陈良贤¹, 安 康²,
魏俊俊¹, 刘金龙¹, 吴立枢³, 李成明¹

(1. 北京科技大学 新材料技术研究院, 北京 100083; 2. 北方工业大学 机械与材料工程学院, 北京 100144; 3. 中国电子科技集团公司第五十五研究所, 固态微波器件与电路全国重点实验室, 南京 210016)

摘 要: 金刚石膜材料用作 GaN 电子器件散热器具有巨大潜力, 低应力、大尺寸、高质量、原子级光滑表面的金刚石膜层是 GaN 器件的整体传热能力提升的关键。本研究提出了一种用于 3 英寸(1 英寸=2.54 cm)硅衬底多晶金刚石薄膜的生长和晶圆级抛光技术, 用以实现大尺寸金刚石膜材料在散热器方向上的应用。首先对微波谐振腔内的等离子体进行多物理场自治建模, 通过仿真模拟技术分析 2.45 GHz 多模椭圆谐振腔微波等离子体化学气相沉积(Microwave plasma chemical vapor deposition, MPCVD)装置沉积大尺寸金刚石薄膜的可行性, 并优化生长工艺参数。然后对金刚石薄膜进行研磨抛光处理, 以满足 GaN 器件的键合需求。模拟结果表明, 输入相同的微波功率, 腔室压强增大导致等离子体核心电子和原子 H 数密度增加, 但径向分布均匀性变差。在优化的工艺条件下沉积了金刚石薄膜。实验结果表明, 金刚石薄膜厚度不均匀性为 17%。较高的甲烷浓度导致金刚石晶粒呈现以(111)晶面为主的金字塔形貌特征, 并伴有孪晶的生成。Raman 光谱中金刚石一阶特征峰半峰全宽(Full width at half maximum, FWHM)为 7.4 cm^{-1} 。抛光后表面粗糙度达到 0.27 nm , 硅衬底金刚石薄膜平均弯曲度为 $13.84\text{ }\mu\text{m}$, 平均内应力为 -40.7 MPa 。采用上述方法, 成功制备了大尺寸、较高晶体质量、低内应力、原子级光滑表面的硅衬底金刚石晶圆。

关 键 词: 金刚石薄膜; MPCVD; 晶圆级抛光

中图分类号: O484 文献标志码: A 文章编号: 1000-324X(2024)03-0283-08

Preparation of 3-inch Diamond Film on Silicon Substrate for Thermal Management

YANG Zhiliang¹, YANG Ao¹, LIU Peng¹, CHEN Liangxian¹, AN Kang²,
WEI Junjun¹, LIU Jinlong¹, WU Lishu³, LI Chengming¹

(1. Institute for Advanced Materials and Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China; 2. School of Mechanical and Materials Engineering, North China University of Technology, Beijing 100114, China; 3. National Key Laboratory of Solid-State Microwave Devices and Circuits, The 55th Research Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Nanjing 210016, China)

Abstract: The diamond film material holds great potential as a heat sink for GaN electronic devices. The diamond

收稿日期: 2023-10-16; 收到修改稿日期: 2023-11-12; 网络出版日期: 2023-12-04

基金项目: 固态微波器件与电路全国重点实验室基金; 国家自然科学基金(52172037, 52102034); 北方工业大学有组织科研(2023YZZKY12)

The Fund of National Key Laboratory of Solid-State Microwave Devices and Circuits; National Natural Science Foundation of China (52172037, 52102034); Organized Research Fund of North China University of Technology (2023YZZKY12)

作者简介: 杨志亮(1994-), 男, 博士研究生. E-mail: 1220715584@qq.com

YANG Zhiliang (1994-), male, PhD candidate. E-mail: 1220715584@qq.com

通信作者: 吴立枢, 高级工程师. E-mail: wulishu117@163.com; 李成明, 教授. E-mail: chengmli@master.ustb.edu.cn

WU Lishu, senior engineer. E-mail: wulishu117@163.com; LI Chengming, professor. E-mail: chengmli@master.ustb.edu.cn

film layer with low stress, large dimensions, high quality, and an atomically smooth surface is crucial for enhancing the overall heat transfer capacity of GaN devices. This study presents a technique for growing and polishing polycrystalline diamond films on 3-inch (1 inch=2.54 cm) silicon substrates to facilitate the use of large-sized diamond film materials in radiator applications. Firstly, the study carries out multi-physical field self-consistent modelling of plasma in a microwave resonator. It then analyses the feasibility of depositing large diamond films using a microwave plasma chemical vapour deposition (MPCVD) device with a 2.45 GHz multi-mode ellipsoid resonator through simulation technology. The growth process parameters are optimized accordingly. After that, the diamond film is polished to meet the bonding requirements of GaN devices. The simulation results show that under the same microwave power input, the increase of chamber pressure leads to the increase of number density of plasma core electrons and H atoms, but the uniformity of radial distribution becomes worse. Diamond film is deposited under optimized conditions and mensurates that the thickness inhomogeneity of diamond film is 17%. In this process, methane at high concentration leads to pyramidal morphology of diamond grains dominated by (111) planes, accompanied by formation of twins. Full width at half maximum (FWHM) of the first-order characteristic peak of diamond in Raman spectrum is 7.4 cm^{-1} . After polishing, the surface roughness reaches 0.27 nm, the average bending degree of diamond film on silicon substrate is $13.84\text{ }\mu\text{m}$, and the average internal stress is -40.7 MPa . Silicon substrate diamond wafers with large size, high crystal quality, low internal stress and atomically smooth surface are successfully prepared by the above method.

Key words: diamond film; MPCVD; wafer level polishing

GaN 作为第三代半导体材料, 具有宽禁带(室温下 3.39 eV)、高电子饱和速率($2.5\times 10^7\text{ cm/s}$)、高击穿场强(3.3 MV/cm)等优异性能^[1-2], 在 5G 通讯、航天、国防等领域具有极高的应用价值^[3]。随着技术的不断发展, 持续向更大功率、更高效发展的 GaN HEMT 器件的低热耗散能力已成为制约器件性能提升的重要因素^[4]。高频、大功率服役环境下, 过大的功率耗散导致器件升温, 而传统散热路径的散热能力有限, 阻碍热量向周围环境扩散, 进而增加了声子散射, 引起势阱中载流子迁移率下降, 使器件的静态 I - V 特性衰减, 这种由于 GaN“自热效应”导致的器件过热已成为制约 GaN 性能提升的主要瓶颈^[5]。

作为最主要的散热通道, GaN 的衬底材料对于 GaN 器件的整体传热起到至关重要的作用。常用的 GaN 外延衬底主要有 SiC(热导率 $490\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$)^[6]、Si(热导率 $150\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$)^[7]以及蓝宝石(热导率 $46\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$)^[8], 这些衬底材料的热导率相对较低, 使得在 AlGaN/GaN 异质结的热点处积累的热量无法有效去除。为了提高 GaN 基功率器件的热管理能力, 采用热导率更高($800\sim 2000\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$)的金刚石材料^[9-10]做衬底已逐渐成为解决散热问题的最主要手段^[11-12]。

因此, 将高功率 GaN 芯片与高导热 CVD 金

石膜结合, 可将 GaN 目前的极限使用功率提升数倍, 从而大幅度提高器件性能及稳定性, 减少封装尺寸实现器件小型化设计。金刚石基 GaN 结构的实现途径主要有: i) 在金刚石上生长 GaN, ii) 在 GaN 上生长金刚石, iii) GaN 和金刚石的键合。由于晶格失配大(约 13%)和两种材料之间的热膨胀系数的差异, 在金刚石上生长高质量的 GaN 或在 GaN 上生长金刚石相当困难。与生长工艺不同, GaN 和金刚石的键合是一个并行的过程, 可以分别制备 GaN 层和金刚石衬底。金刚石衬底实现途径包括金刚石自支撑膜和硅金刚石复合结构两种, 自支撑金刚石膜制备要求金刚石膜要达到一定厚度才可以实现, 硅金刚石复合结构可以在金刚石较薄的情况下获得满足条件的金刚石材料, 一方面可以降低金刚石的生长成本, 另一方面硅金刚石复合结构还可以通过硅衬底的约束提升金刚石表面平整度, 比较适合用于后期金刚石和 GaN 的键合。

本工作首先通过仿真模拟技术分析了多模椭圆谐振腔 MPCVD 装置沉积 3 英寸金刚石薄膜的可行性, 优化生长工艺参数, 沉积出均匀的硅衬底金刚石膜。然后将研磨和机械抛光技术相结合, 实现了晶圆级多晶金刚石的原子级光滑表面, 最终获得适用于 GaN 键合要求的硅金刚石复合衬底。

1 实验方法

1.1 微波等离子体模拟

传统 2.45 GHz MPCVD 装置沉积金刚石膜的典型尺寸为 $\phi 50 \sim 60$ mm, 这是受到微波输入功率^[13]和反应器腔室谐振模式^[14]的共同限制。图 1 是本研究组此前研制的一种 2.45 GHz 多模椭球 MPCVD 装置中微波电场的三维谐振模式图, 该装置装配有频率 2.45 GHz、功率 15 kW 微波源, 可以满足高功率条件下高速率沉积均匀性较好的高质量金刚石膜^[15]。该型 MPCVD 装置特点是采用椭球面的双焦点特性, 对微波的强耦合作用, 进行微波的汇聚。从图 1 中可以看出谐振腔中属于多模式电场类型, 即在谐振腔底部中心存在一个强电场, 其他区域电场强度较弱。这个腔室模式至少包括 TM01n、TM02n 和 TM03n(此处 $n > 1$), 其中衬底处电场包括 TM01n、TM02n 两个模式^[16]。根据 Weng 等^[17]报道, 这种多模电场是形成大尺寸电场的必要条件, 因此这个椭球谐振腔室存在形成大尺寸等离子体的基础条件。

对反应器进行多物理场自治建模, 探索 2.45 GHz 多模椭球 MPCVD 装置沉积 3 英寸金刚石薄膜的可行性, 并优化微波功率/腔室压强的匹配度, 使得在硅衬底表面维持等离子体的均匀覆盖。多物理场自治建模的过程如下:

i) 微波电场

对于微波反应器, 其等离子体形状与位置取决于谐振腔内的电场分布。使用以下方程计算频域中的高频电场分布^[18]:

$$\nabla \times (\mu_r^{-1} \nabla \times \mathbf{E}) - k_0^2 \left(\varepsilon_r - \frac{j\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right) \mathbf{E} = 0 \quad (1)$$

其中, μ_r 、 ε_r 和 σ 分别为材料的相对磁导率、相对介电常数和电导率, \mathbf{E} 为微波电场强度, j 为虚数单位, $\omega = 2\pi f$ 和 k_0 分别为微波的角频率和波数,

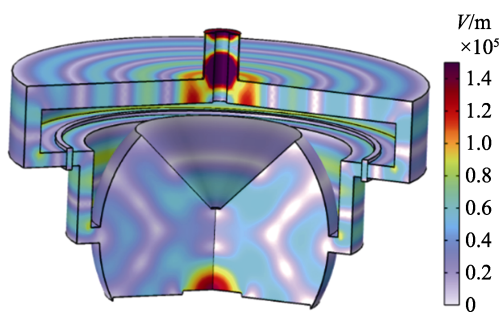


图1 MPCVD 装置中微波电场的三维谐振模式图

Fig. 1 Three-dimensional resonance mode diagram of microwave electric field in MPCVD device

$f = 2.45$ GHz 为微波频率, ε_0 为真空介电常数。对于等离子体区域, 由于存在大量自由电子, 其相对介电常数和电导率是电子密度、电子与中性粒子碰撞频率和磁通密度的函数。等离子体的电导率 σ 可以用 Drude-Lorentz 模型进行近似^[19], 介电常数 ε 由参考文献^[20]给出。在求解出 Maxwell 方程之后, 耦合到等离子体中的微波功率密度将由下式给出。

$$Q_h = \frac{n_e e^2 v_e |\mathbf{E}|^2}{2m_e (\omega^2 + v_e^2)} \quad (2)$$

其中, n_e 为电子数密度, e 是电子电荷, m_e 是电子质量, v_e 是等离子体中的电子与中性粒子碰撞频率。电磁场模块是在频域条件下求解的。微波功率激励端口类型为同轴端口, 同时根据实际沉积参数设置微波馈入功率。对于 MPCVD 反应器内壁, 定义边界条件为理想电导体。

ii) 等离子体

等离子体模块中的电子数密度 n_e 和电子能量密度 n_e 是通过求解漂移扩散方程在瞬态条件下求解计算的:

$$\frac{\partial}{\partial t}(n_e) + \nabla \cdot [-n_e(\mu_e \cdot \mathbf{E}) - \mathbf{D}_e \cdot \nabla n_e] = R_e \quad (3)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}(n_e) + \nabla \cdot [-n_e(\mu_e \cdot \mathbf{E}) - \mathbf{D}_e \cdot \nabla n_e] + \mathbf{E} \cdot \Gamma_e = R_e \quad (4)$$

其中, μ_e 是电子迁移率, \mathbf{D}_e 是电子扩散率, R_e 是电子源能量, n_e 是电子能量密度, μ_e 是电子能量迁移率, \mathbf{D}_e 是电子能量扩散率, Γ_e 是电子通量, R_e 是由于非弹性碰撞引起的能量损失。

用反应截面数据定义了几个与能量相关的电子碰撞反应, 相应的碰撞截面数据从 LXCat 数据库^[21]中获取。考虑的反应包括: 弹性碰撞、激发、解离和电离。等离子体模型中共考虑了 4 种碰撞反应, 5 种粒子。碰撞反应和表面反应的集合如表 1 和表 2 所示。尽管在等离子体模型中忽略了 CH_4 的影响, 但它不会显著影响沉积腔中的等离子体特性。此外, 大量的模拟和实验结果也验证了简化的合理性^[22-23]。

表 1 碰撞反应的集合^[21]

Table 1 Set of collision reactions^[21]

Num.	Electron collision reaction	Collision type	Energy loss/eV
1	$e + \text{H}_2 \rightarrow e + \text{H}_2$	Elastic collision	—
2	$e + \text{H}_2 \rightarrow e + \text{H}_2^*$	Excitation	14
3	$e + \text{H}_2 \rightarrow e + \text{H} + \text{H}$	Dissociation	8.9
4	$e + \text{H}_2 \rightarrow e + e + \text{H}_2^+$	Ionization	15.4

表 2 表面反应的集合
Table 2 Collection of surface reactions

Num.	Surface reaction	Adhesion factor	Secondary emission coefficient
1	$\text{H}_2^+ + \text{wall} \rightarrow \text{H}_2$	1	0
2	$\text{H} + \text{H} + \text{wall} \rightarrow \text{H}_2$	1	0
3	$\text{H}_2^+ + \text{wall} \rightarrow \text{H}_2$	1	0

iii) 流体传热

对于流体传热模块, 将电磁场中耦合到等离子体中的微波功率密度 Q_h 作为流体传热场中的体积热源。气体温度的分布可通过下式来求解:

$$\nabla \cdot (-k \nabla T_g) = Q_h \quad (5)$$

其中, T_g 为气体温度。在流体传热场模型中, 反应器的边界被设置为恒温边界条件。

1.2 金刚石薄膜沉积及加工

在金刚石薄膜沉积前, 使用粒径为 $5 \mu\text{m}$ 的金刚石微粉刮擦(100)单晶 Si 衬底表面 30 min, 用乙醇超声清洗 10 min, 随后在粒径 30 nm 金刚石粉乙醇悬浊液中超声清洗 10 min, 取出自然风干。据前期实验, 此播种处理方式可使形核密度从 10^5cm^{-2} 提升至 10^{10}cm^{-2} 。薄膜沉积时间为 90 h, 总反应气体由 CH_4 (纯度 $\geq 99.999\%$) 和 H_2 (纯度 $\geq 99.999\%$) 组成, 总气体流量为 310 sccm, 其中 CH_4 流量为 10 sccm。

薄膜沉积完毕后, 使用 UNIPOL-1502A 型研磨机对金刚石薄膜进行研磨加工, 以减小表面粗糙度, 为后续机械抛光步骤提供较为平整的表面, 磨料选用粒度型号为 W40 的金刚石研磨粉。机械研磨平整化之后, 使用 SPG40-II 型抛光机对硅衬底金刚石薄膜进行机械抛光, 砂轮转速 240 r/min, 抛光时金刚石片自转同时往复平移, 从而确保大面积低粗糙度的抛光金刚石表面。

1.3 表征与测试

金刚石薄膜沉积完成后, 使用螺旋千分尺测量生长后的薄膜厚度。使用带有绿色激光($\lambda=532 \text{nm}$) 和 $1200 \text{l}\cdot\text{mm}^{-1}$ 的光栅的 Horiba LabRAM HR Evolution 测试样品的 Raman 光谱图, 波数范围从 1000 到 2000cm^{-1} , 以获得对金刚石相和非金刚石相碳含量的表征。使用扫描电子显微镜(Gemini 300)观察金刚石薄膜的显微形貌。使用 Rigaku SmartLab 9 kW X 射线衍射仪获得金刚石晶体的取向特征, 测试范围 $2\theta=10^\circ\sim 130^\circ$, 扫描速度 $20^\circ\cdot\text{min}^{-1}$ 。使用 OLS4100 激光共聚焦显微镜获取薄膜表面形貌特征及面粗糙度信息。在机械抛光后, 使用 Dimension ICON 原子力显微镜获取抛光表面形貌特征及粗

糙度。使用 KSA MOS Ultra-Scan 薄膜应力测试仪器测量抛光态硅衬底金刚石膜结构的弯曲度及整体应力。

2 结果与讨论

2.1 微波功率/腔室压强匹配度优化

在 MPCVD 过程中, 微波功率与腔室压强匹配度十分关键^[24]。增大微波功率导致等离子体体积变大, 增加腔室压强则会导致等离子体体积收缩、活性基团数密度的增加及分子自由程减小。尺寸合适的等离子体体积对金刚石膜的均匀沉积至关重要, 因此使用模拟仿真方法优化了微波功率/腔室压强匹配度。图 2(a)显示了微波功率 9 kW, 腔室压强分别为 8、10、12 和 14 kPa 时衬底表面(由于边界条件限制边界数密度为 0, 因此选择衬底表面上方 $z=0.5 \text{mm}$ 处的结果作为衬底表面结果)电子数密度的模拟结果, 注意衬底尺寸为 $\phi 84.2 \text{mm}$ 而非 $\phi 76.2 \text{mm}$, 这是由于本研究基于实际情况考虑了钼衬底支架的尺寸。由图 2(a)可知, 随着腔室压强升高, 等离子体电子数密度最大值与均值升高, 但径向均匀性明显变差。图 2(b)显示了微波功率 9 kW, 腔室压强分别为 8、10、12 和 14 kPa 时衬底表面原子 H 密度的模拟结果, 随着腔室压强升高, 等离子体原子 H 密度最大值与均值升高, 但径向均匀性明显变差, 这与电子的分布规律相同。为了评价不同腔室压强下等离子体的径向分布均匀性, 比较了基片中心($r=0, z=0.5$)与边缘($r=38.1, z=0.5$)处的电子数密度 n_e 和原子 H 数密度 n_H , 见表 3。

随着腔室压强的上升, 硅衬底中心处与边缘处的电子数密度比值分别为: 58.2、65.7、74.3 和 93.6。随着腔室压强的上升, 等离子体收缩, 放电区内电子数密度增加, 但电子数密度径向均匀性显著降低。同样, 对于原子 H 数密度, 硅衬底中心处与边缘处的电子数密度比值分别为: 2.24、2.97、4.75 和 9.04。注意到当腔室压强为 14 kPa 时, 衬底边缘处的原子 H 数密度出现了下降的趋势, 这可能是由于过大的腔压导致原子 H 更加向等离子体中心集中, 从而导致边缘处数密度降低。提升腔室压强, 增加了等离子体区内活性基团数密度, 这有利于金刚石膜的快速沉积, 但过大的腔室压强会导致等离子体无法均匀覆盖衬底, 从而造成金刚石膜生长不均匀的问题。综合考虑活性基团数密度和活性基团径向分布均匀性, 本研究选择腔室压强为 10 kPa 作为金刚石膜沉积的典型工艺条件。

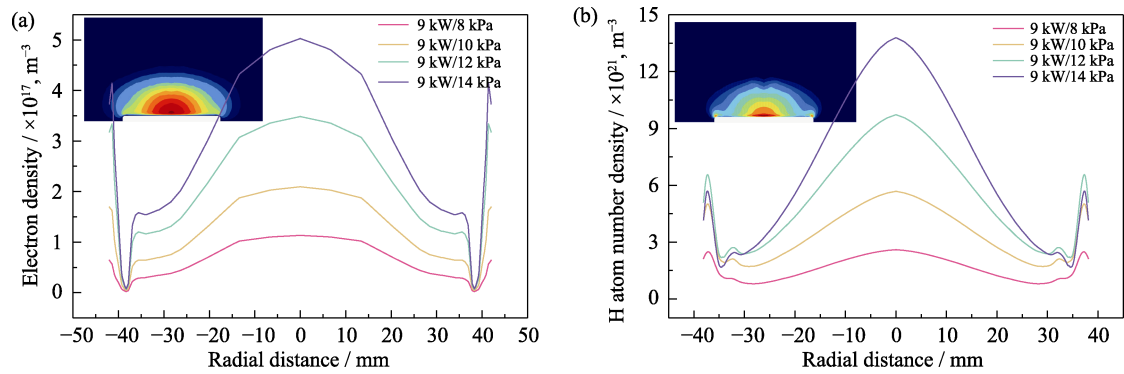


图 2 不同微波功率/腔室压强条件下, 反应器轴线方向上的基团分布
Fig. 2 Group distribution in the axial direction of the reactor under different microwave power/chamber pressure conditions
(a) Electron number density distribution; (b) Atomic H number density distribution

表 3 不同腔室压强下, 基片中心($r=0, z=0.5$)与边缘($r=38.1, z=0.5$)处的电子数密度 n_e 和原子 H 数密度 n_H
Table 3 Electron number density n_e and atomic H number density n_H at the center ($r=0, z=0.5$) and edge ($r=38.1, z=0.5$) of the substrate under different chamber pressures

Chamber pressure/kPa	n_e/m^{-3}		n_H/m^{-3}	
	$r=0, z=0.5$	$r=38.1, z=0.5$	$r=0, z=0.5$	$r=38.1, z=0.5$
6	1.14×10^{17}	1.96×10^{15}	2.83×10^{21}	1.26×10^{21}
8	2.09×10^{17}	3.18×10^{15}	6.00×10^{21}	2.02×10^{21}
10	3.44×10^{17}	4.63×10^{15}	1.05×10^{22}	2.21×10^{21}
12	4.97×10^{17}	5.31×10^{15}	1.51×10^{22}	1.67×10^{21}

综上所述, 最终生长金刚石膜的参数选取为: 微波功率 9 kW, 腔室压强 10 kPa, 甲烷流量 10 sccm, 氢气流量 300 sccm, 衬底温度 850 ℃, 沉积时间 90 h。

2.2 材料特性表征

图 3(a)显示了硅衬底金刚石膜的表面形貌, 金刚石晶粒直径~50 μm, 金刚石晶粒呈现为以(111)面为主的金字塔形貌。可以用生长参数 α 来描述金刚石织构的发展和相应的形态, $\alpha = \sqrt{3} V_{100}/V_{111}$, 其中 V_{100} 和 V_{111} 分别是(100)和(111)方向上的生长速

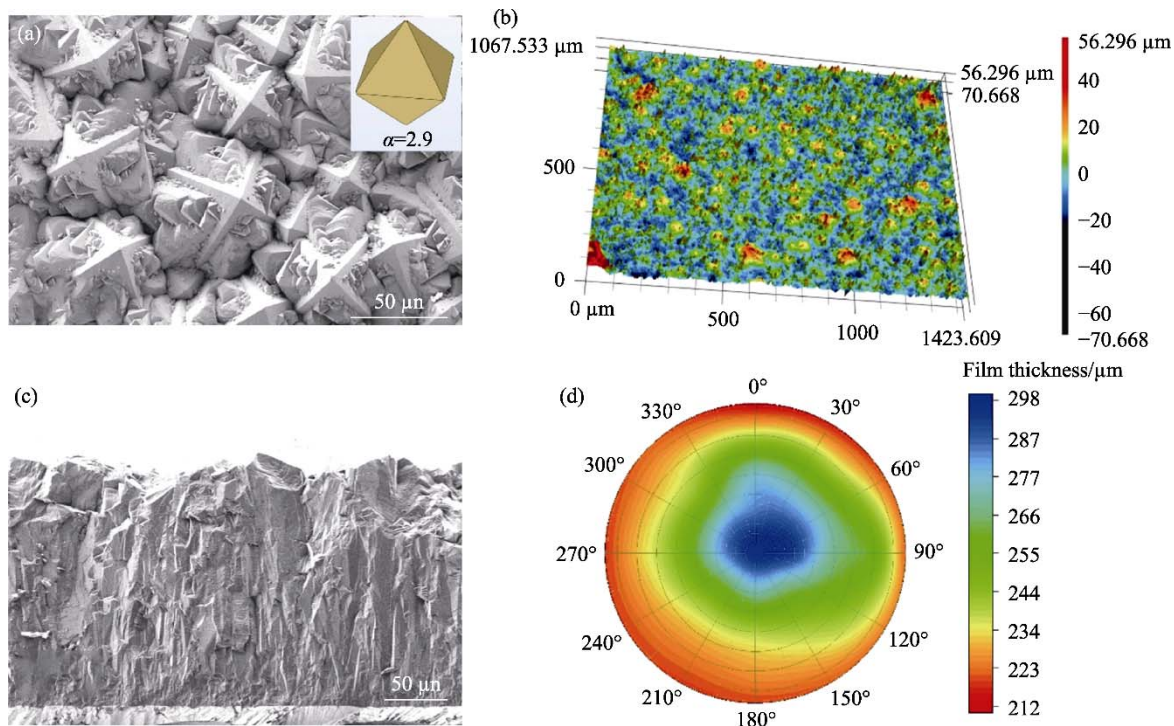


图 3 金刚石薄膜的表面形貌、截面形貌及厚度分布
Fig. 3 Surface morphology, cross-sectional morphology and thickness distribution of the diamond film
(a) Surface topography of a silicon substrate diamond film with inset illustrating the ideal diamond crystal profile when the growth parameter α is 2.9; (b) Surface profile of silicon substrate diamond film obtained by laser confocal microscope; (c) Cross-sectional morphology of the edge of the diamond film; (d) Thickness distribution of diamond film

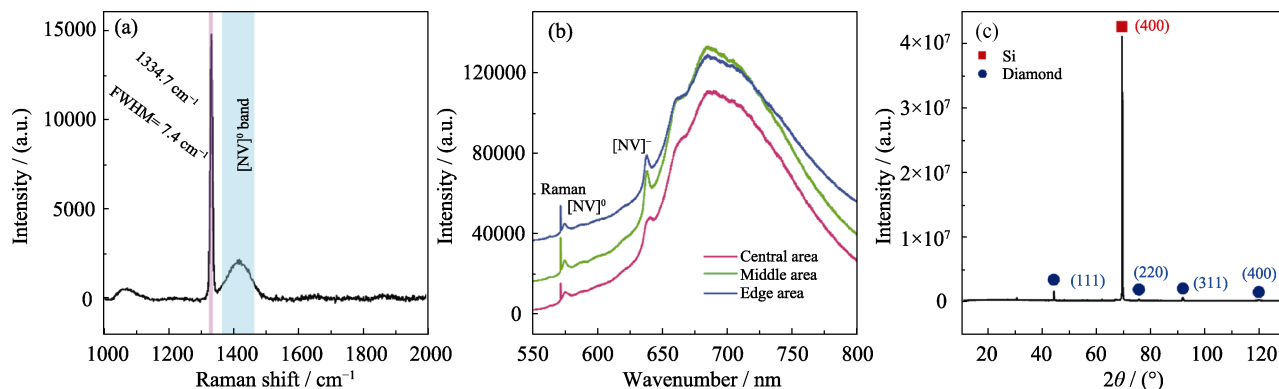


图 4 硅衬底金刚石膜的 Raman 光谱(a)、PL 光谱(b)及 XRD 图谱(c)

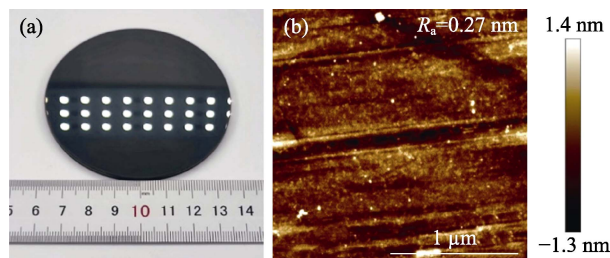
Fig. 4 Raman spectrum (a), PL spectra (b) and XRD pattern (c) of diamond films on silicon substrate

率。Wild 等^[25]研究了衬底温度和甲烷含量对金刚石薄膜结构和形貌的影响, 根据 Wild 等的研究, α 参数随 CH_4/H_2 比值的增大而增大, 随衬底温度升高而减小。金刚石晶体形状与生长参数 α 为 2.9 时理想的金刚石晶体轮廓相对应, 这是由较高的甲烷浓度所导致。此外, 由于较高甲烷浓度和真空泄露引入的氮杂质^[26-27], 在金刚石 {201} 晶面族观察到大量的孪晶生长。图 3(b)显示了由激光共聚焦显微镜获取的硅衬底金刚石膜的表面轮廓, 计算得出表面粗糙度 $S_a=7.58 \mu\text{m}$ 。图 3(c)为金刚石薄膜边缘位置的截面形貌。图 3(d)给出了生长的金刚石薄膜厚度分布图, 薄膜厚度的不均匀性为 17%。

图 4(a)显示了硅衬底金刚石膜的 Raman 光谱, 对 1332 cm^{-1} 附近的金刚石一阶特征峰进行高斯拟合, 特征峰位于 1334.7 cm^{-1} 处, 半峰全宽 FWHM 为 7.4 cm^{-1} , 金刚石特征峰的 FWHM 与结晶质量密切相关^[28], 这表明沉积的金刚石膜有着较高的晶体质量。此外 Raman 光谱中还出现了 1420 cm^{-1} 处与 $[\text{NV}]^0$ 相关的宽峰, 这源于腔室的真空泄漏。图 4(b)显示了硅衬底金刚石膜的 PL 光谱。高纯度金刚石在 532 nm 激光源激发的 PL 光谱中一般只存在 573 nm 的金刚石固有吸收峰。 575 nm 和 637 nm 处吸收峰与 N 杂质相关, 575 nm 处吸收峰为单替位 N 和空位组成的 $[\text{NV}]^0$, 637 nm 处吸收峰为单替位 N 和空位并结合一个电子的 $[\text{NV}]^-$ 。图 4(c)为硅衬底金刚石 XRD 图谱, 其中位于 $2\theta=69.1^\circ$ 的尖峰对应于硅衬底的 (400) 晶面。 $2\theta=43.9^\circ$ 处的尖峰和 75.3° 、 91.5° 、 119.6° 处的弱峰对应于金刚石的 (111)、(220)、(311) 和 (400) 晶面。

2.3 金刚石薄膜的研磨抛光

研磨加工硅衬底金刚石薄膜以获得较为平整的表面, 当在光学显微镜下无法分辨出单个的晶粒结构取向特征后, 对硅衬底金刚石薄膜进行机械

图 5 抛光后的硅衬底金刚石膜的实物图及 AFM 表面形貌
Fig. 5 Actual photographic and AFM morphology of polished diamond films on silicon substrate

(a) Actual photographic; (b) AFM image

抛光。图 5(a)为完成机械抛光过程后样品的实物照片, 图 5(b)为该 CVD 金刚石样品在机械抛光后的 AFM 表面形貌。在 $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ 的区域内评估的表面粗糙度值为 0.27 nm 。

2.4 弯曲度及应力测试

采用 KSA MOS Ultra-Scan 薄膜应力测试系统, 利用 XY 双向程序控制的扫描平台, 测量抛光态的硅衬底金刚石薄膜样品, 曲率对比的基片选择未处理状态的 (100) 单晶硅衬底。薄膜内应力由 Stoney^[29] 计算得出:

$$\sigma = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)t_f} \left(\frac{1}{r} - \frac{1}{r_0} \right) \quad (6)$$

其中, σ 为薄膜内的平均内应力, E_s 为基片的杨氏模量, ν_s 为基片的泊松比, t_f 为薄膜的厚度, r_0 和 r 分别是薄膜沉积前后的基片曲率半径。

由图 6 可得, 未经处理的单晶硅衬底的平均弯曲度为 $3.59 \mu\text{m}$ 。在 MPCVD 过程后, 硅衬底金刚石薄膜的平均弯曲度为 $13.84 \mu\text{m}$, 由此计算得到的金刚石薄膜的平均内应力为 -40.7 MPa , 这一数值小于金刚石/Si 复合结构的典型薄膜内应力^[30-31]。此处内应力的负值表明金刚石薄膜呈现拉应力^[32]。

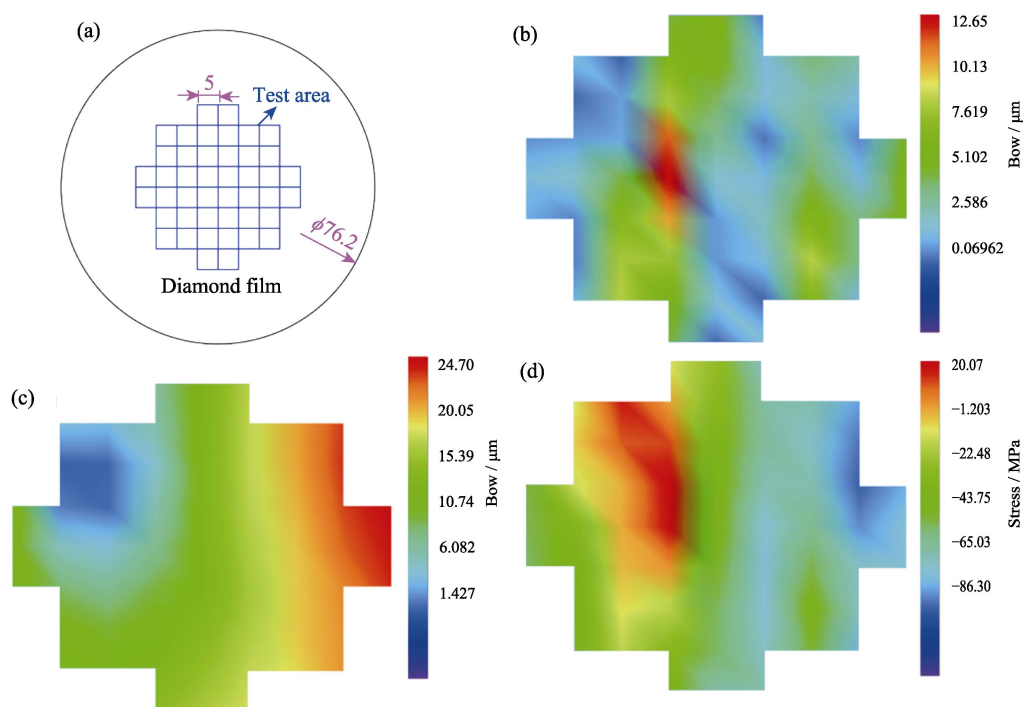


图6 薄膜弯曲度及应力测试结果

Fig. 6 Results of film bending and stress test

(a) Test area of the film stress test system; (b) Bending test results of the monocrystalline silicon substrate; (c) Bending test results of the polished silicon substrate diamond film; (d) Internal stress of the diamond film calculated by the Stoney formula

3 结论

在这项研究中, 首先建立了多物理场自洽模型, 对多模椭圆型 2.45 GHz MPCVD 装置腔室内的等离子体进行了模拟仿真, 研究了沉积压强变化对氢等离子体的影响。结果表明, 随着腔室压强由 8 kPa 增加至 14 kPa, 衬底上方的等离子体向中心收缩, 径向均匀性降低。兼顾活性基团数密度与均匀性, 最终选取微波功率 9 kW, 腔室压强 10 kPa 作为实际沉积时的工艺参数。沉积的金刚石薄膜有较高的晶体质量与均匀性, 呈现以(111)晶面为主的金字塔形貌。

对生长态的 3 英寸金刚石膜进行研磨抛光处理, 以获得满足 GaN 键合的高质量、低粗糙度、低内应力金刚石/Si 晶圆。通过上述方法处理得到的金刚石薄膜表面粗糙度达到 0.27 nm, 平均弯曲度为 13.84 μm , 平均内应力为 -40.7 MPa。

用于热管理的衬底材料需要满足低应力与低表面粗糙度的技术要求以实现良好的键合, 通过本工艺实现的低内应力、原子级光滑金刚石表面有可能在广泛应用中用作高效散热的散热器。

参考文献:

[1] PEARTON S J, REN F, ZHANG A P, *et al.* Fabrication and

performance of GaN electronic devices. *Mater. Sci. Engin.: R: Reports*, 2000, **30(3-6)**: 55.

[2] MAZUMDER S K, VOSS L F, DOWLING K, *et al.* Overview of wide/ultra-wide bandgap power semiconductor devices for distributed energy resources. *IEEE J. Em. Sel. Top. P.*, 2023, **11(4)**: 3957.

[3] AJAYAN J, NIRMAL D, RAMESH R, *et al.* A critical review of AlGaIn/GaN-heterostructure based Schottky diode/HEMT hydrogen (H_2) sensors for aerospace and industrial applications. *Measurement*, 2021, **186**: 110100.

[4] NUTTINCK S, GEBARA E, LASKAR J, *et al.* Study of self-heating effects, temperature-dependent modeling, and pulsed load-pull measurements on GaN HEMTs. *IEEE T. Microw. Theory.*, 2001, **49(12)**: 2413.

[5] QIN Y, CHAI C, LI F, *et al.* Study of self-heating and high-power microwave effects for enhancement-mode p-gate GaN HEMT. *Micromachines*, 2022, **13(1)**: 106.

[6] CHEN J T, BERGSTEN J, LU J, *et al.* A GaN-SiC hybrid material for high-frequency and power electronics. *Appl. Phys. Lett.*, 2018, **113(4)**: 041605.

[7] CHEN K J, HABERLEN O, LIDOW A, *et al.* GaN-on-Si power technology: devices and applications. *IEEE T. Electron. Dev.*, 2017, **64(3)**: 779.

[8] MIZUE C, HORI Y, MICZEK M, *et al.* Capacitance-voltage characteristics of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlGaIn}/\text{GaN}$ structures and state density distribution at $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlGaIn}$ interface. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2011, **50(2R)**: 021001.

[9] LIU H, LI J, LI Z, *et al.* Single crystal diamond deposited by dual radio-frequency plasma jet CVD with high growth rate. *Crystals*, 2019, **9(1)**: 32.

[10] ZUO Y, LI J, BAI Y, *et al.* Growth of nanocrystalline diamond by dual radio frequency inductively coupled plasma jet CVD. *Diam. Relat. Mater.*, 2017, **73**: 67.

[11] POMEROY J, BERNARDONI M, SARUA A, *et al.* Achieving the

- best thermal performance for GaN-on-diamond. *2013 IEEE Compound Semiconductor Integrated Circuit Symposium (CSICS)*, 2013, **1**: 6659210.
- [12] ZHAO J, HAO X, ZHAO K, *et al.* Recent development on high thermal conductivity diamond synthesized by microwave plasma chemical vapor deposition and its devices applications. *J. Chin. Ceram. Soc.*, 2022, **50(7)**: 1852.
- [13] GROTJOHN T, LISKE R, HASSOUNI K, *et al.* Scaling behavior of microwave reactors and discharge size for diamond deposition. *Diam. Relat. Mater.*, 2005, **14(3-7)**: 288.
- [14] SILVA F, BONNIN X, SCHARPF J, *et al.* Microwave analysis of PACVD diamond deposition reactor based on electromagnetic modelling. *Diam. Relat. Mater.*, 2010, **19(5/6)**: 397.
- [15] LI Y F, SU J J, LIU Y Q, *et al.* A circumferential antenna ellipsoidal cavity type MPCVD reactor developed for diamond film deposition. *Diam. Relat. Mater.*, 2015, **51**: 24.
- [16] AN K, ZHANG S, SHAO S, *et al.* Effects of the electric field at the edge of a substrate to deposit a $\phi 100$ mm uniform diamond film in a 2.45 GHz MPCVD system. *Plasma Sci. Technol.*, 2022, **24(4)**: 045502.
- [17] WENG J, LIU F, XIONG L W, *et al.* Deposition of large area uniform diamond films by microwave plasma CVD. *Vacuum*, 2018, **147**: 134.
- [18] LI Y C, LIU X D, HAO X B, *et al.* Rapid growth of single crystal diamond at high energy density by plasma focusing. *J. Inorg. Mater.*, 2023, **38(3)**: 303.
- [19] YAMADA H, CHAYAHARA A, MOKUNO Y. Simplified description of microwave plasma discharge for chemical vapor deposition of diamond. *J. Appl. Phys.*, 2007, **101(6)**: 063302.
- [20] SU J J, LI Y F, LI X L, *et al.* A novel microwave plasma reactor with a unique structure for chemical vapor deposition of diamond films. *Diam. Relat. Mater.*, 2014, **42**: 28.
- [21] Itikawa database. www.lxcat.net. (2022-04-10)[2023-11-08].
- [22] YANG D, GUO L, WANG B, *et al.* Hydrogen plasma characteristics in a microwave chemical vapor deposition chamber. *Mater. Sci. Eng. B-Adv.*, 2023, **292**: 116422.
- [23] MESBAHI A, SILVA F, FARHAT S, *et al.* Hydrodynamics effects in high power density microwave plasma diamond growth reactors. *J. Phys. D Appl. Phys.*, 2013, **46(38)**: 385502.
- [24] ZHANG S, AN K, SHAO S W, *et al.* Microwave power and deposition pressure matching of MPCVD diamond films. *J. Synth. Cryst.*, 2022, **51(5)**: 910.
- [25] WILD C, KOIDL P, MULLER-SEBERT W, *et al.* Chemical vapour deposition and characterization of smooth {100}-faceted diamond films. *Diam. Relat. Mater.*, 1993, **2(2/3/4)**: 158.
- [26] ZHU H X, WU S, HUANG L L, *et al.* Effect of methane concentration on twins in CVD polycrystalline diamond film. *Physics Examination and Testing*, 2014, **32(1)**: 7.
- [27] MAO W M, ZHU H X, CHEN L, *et al.* Macro-texture and micro-twinning in CVD free-standing diamond films. *J. Inorg. Mater.*, 2006, **21(1)**: 239.
- [28] LEIGH W G S, CUENCA J A, THOMAS E L H, *et al.* Mapping the effect of substrate temperature inhomogeneity during microwave plasma-enhanced chemical vapour deposition nanocrystalline diamond growth. *Carbon*, 2023, **201**: 328.
- [29] HUAMH Y, ROSAKIS A J. Extension of Stoney's formula to non-uniform temperature distributions in thin film/substrate systems. The case of radial symmetry. *J. Mech. Phys. Solids.*, 2005, **53(11)**: 2483.
- [30] NAKAMURA Y, SAKAGAMI S, AMAMOTO Y, *et al.* Measurement of internal stresses in CVD diamond films. *Thin Solid Films*, 1997, **308**: 249.
- [31] LI X, LI C, GAO C, *et al.* Internal stress in MPCVD diamond films on the Si substrate based on XRD line shape. *Optoelectron. Lett.*, 2009, **5(4)**: 273.
- [32] LI H Y, KUANG F H, WU H L, *et al.* Temperature dependence of residual tensile stresses and its influences on crack propagation behaviour. *J. Inorg. Mater.*, 2023, **38(11)**: 1265.