

03;11

Осаждение пленок из сверхзвукового потока тетрафторэтилена, активизированного взаимодействием с горячей проволочной преградой

© А.К. Ребров, А.И. Сафонов, Н.И. Тимошенко

Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе СО РАН, Новосибирск
E-mail: rebrov@itp.nsc.ru

Поступило в Редакцию 22 октября 2008 г.

Экспериментально исследовано осаждение фторопластовых пленок на подложку методом „активированного газоструйного осаждения (АГСО)“ (в англоязычной литературе — hot wire chemical vapor deposition (HWCVD)). Показано, что неравновесные процессы в сверхзвуковой струе газа-предшественника кардинально влияют на структуру получаемого покрытия. Исследована зависимость морфологии полученных покрытий от температуры проволочной сетки.

PACS: 47.40.-x, 47.45.-n, 68.55.-a, 82.35.-x

В последние годы в вакуумных технологиях возникло новое направление — осаждение тонких пленок и наночастиц из потока газа-предшественника, активированного горячей проволочной сеткой. В англоязычной литературе этот метод известен как „hot wire chemical vapor deposition — HWCVD“, или „catalytic chemical vapor deposition (CatCVD)“. Неоспоримые преимущества метода HWCVD определили широкую область применения в самых различных областях при получении неорганических и полимерных покрытий [1,2]. Далее для этого метода будем использовать аббревиатуру АГСО (метод „активированного газоструйного осаждения“).

Создание научных основ существующих технологий АГСО и их реализации пошли по пути использования дозвуковых потоков при скоростях порядка сотых долей числа Маха [1,2]. Нами предложено использовать активацию газа в сверхзвуковом потоке предшественника с возможностью использовать неравновесные процессы, которыми достаточно легко управлять параметрами торможения газового пото-

ка, изменением расположения источник—проволочная сетка—подложка, температурой проволок сетки. В этом случае возмущения не могут распространяться вверх по потоку, следовательно, процессы на поверхности не влияют на условия в потоке. Это обеспечило получение огромного многообразия пленок по сравнению с использованным нами ранее газоструйным осаждением из потока чистого тетрафторэтилена (C_2F_4) [3–5].

Эксперименты проводились по следующей схеме. В реакторе происходит пиролиз политетрафторэтилена (ПТФЭ) при температуре, примерно равной $500^\circ C$, и давлении в несколько Торг. В составе продуктов пиролиза тетрафторэтилен C_2F_4 составляет около 95% [5]. При указанных параметрах торможения газ расширяется в свободной струе в область низкого давления $\sim 10^{-2}$ Торг. На расстоянии 1–1.5 диаметра сопла (калибров) располагается нагреваемая проволочная сетка. Далее, на расстоянии 2 калибров располагается подложка. Диаметр проволок из нержавеющей стали — 2 mm.

Числа Маха в потоке, определенные в изэнтропическом приближении по поступательной температуре, в месте расположения сетки составляют около 2. При этом колебательная температура замораживается на уровне значительно выше поступательной. За сеткой в зависимости от ее температуры и геометрии формируется многотемпературный поток с различными температурами по поступательному движению, вращениям и колебаниям. Кроме того, возможно, а при высоких температурах и неизбежно появление радикалов типа CF_3 , CF_2 и др.

В экспериментах данной работы для заданной геометрии системы исследовалось влияние температуры проволоки и структуры струи на морфологию осадка тефлоноподобных пленок. Анализ пленок проводили под электронным микроскопом типа Leo-420.

На рис. 1 показаны пленки, осажденные из сверхзвукового потока в разных экспериментах в зависимости от температуры поверхности проволок сетки.

Эволюция морфологии пленки при нагреве проволок от 320 до $460^\circ C$ показана на рис. 1. Структура пленки меняется от мягких переходов между отдельными элементами к четкой ячеистой структуре с определенной ориентацией, при повышении температуры чешуйки переходят в некоторые укрупненные образования с фрактальной струк-

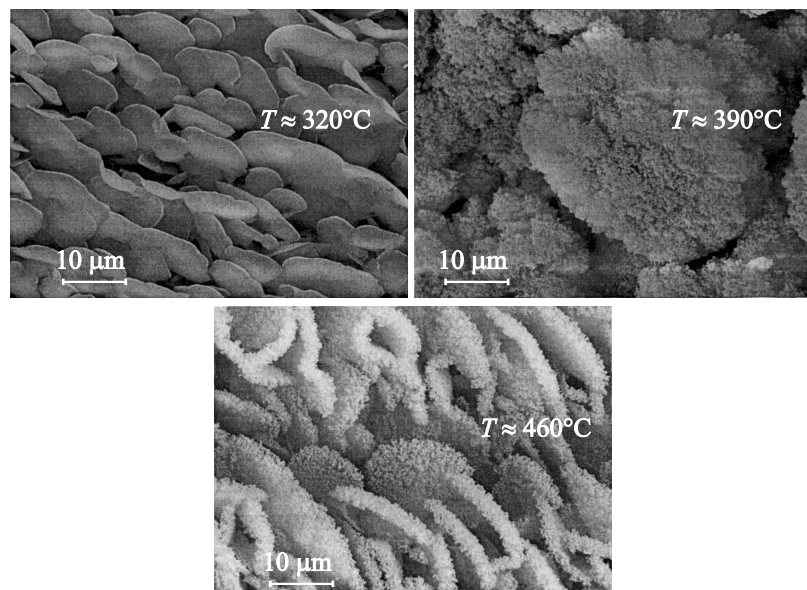


Рис. 1. Структура пленки при различных температурах сетки.

турой. С микронным масштабом эта фрактальная структура разрешена с выявлением ультрадисперсных частиц с размерами меньше 100 nm .

Сравнение морфологии пленки, полученной из сверхзвуковой и дозвуковой струи, представлено на рис. 2. Параметры торможения сверхзвуковой струи: давление и температура в реакторе 1 Torr и 500°C , соответственно давление в камере расширения около 10^{-2} Torr , температура проволок 470°C . Дозвуковая струя была реализована при тех же температурах газа и сетки и давлении в камере около 1 Torr .

Из рис. 2 следует, что пленка от дозвуковой струи обнаруживала по всей очевидности пористую структуру с характерным масштабом элементов в доли микрона. Пленки за сверхзвуковой струей представляли собой достаточно однородное покрытие с макроскопическими наплывами. В микронном масштабе дисперсность такой пленки не обнаружилась.

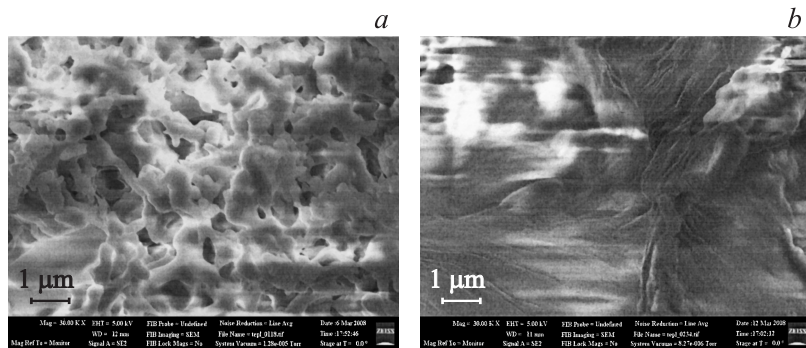


Рис. 2. Сравнение структуры пленки при дозвуковом (а) и сверхзвуковом (б) режимах.

Результаты этих экспериментов показали, что морфология пленки при постоянных исходных параметрах потока C_2F_4 в существенной степени зависит от температуры проволок, от режима набегающего потока на проволочную сетку. Влияние положения сетки не исследовалось. Видимо, оно также будет иметь значение.

Важнейшим результатом проведенных исследований является демонстрация широких возможностей газоструйного осаждения с активацией горячей сеткой для осаждения полимерных пленок с заданными свойствами.

Работа была поддержана грантами РФФИ 06-01-00292 и 08-08-00344.

Список литературы

- [1] *Kenneth K.S.Lau, Jeffrey A. Caulfield, Karen K. Gleason* // Chem. Mater. 2000. V. 12. P. 3032–3037.
- [2] *Matsumura H., Masuda A., Umemoto H.* // Thin Solid Films. 2006. V. 501. P. 58–60.
- [3] *Ребров А.К., Тимошенко Н.И., Шшишкин А.В.* // ДАН. 2004. Т. 399. № 6. С. 766–770.
- [4] *Rebrov A.K., Sharafudinov R.S., Shishkin A.V., Timoshenko N.I.* // Plasma Processes and Polymers. 2005. V. 2. Is. 6. P. 464–471.
- [5] *Андреев М.Н., Ребров А.К., Сафонов А.И., Тимошенко Н.И.* // Вестник НГУ. Сер. Физ. 2007. Т. 2. В. 4. С. 55–62.