07

Диэлектрические потери в MPCVD-алмазах в полосах частот 25—30 и 250—350 GHz в зависимости от параметров процесса роста

© Б.М. Гарин¹, В.В. Паршин², Е.А. Серов², А.С. Николенко², Я.Ц. Лю³, М.Х. Дин³, В.Чж. Тан³

 Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН,
 Фрязино, Московская обл., Россия
 Институт прикладной физики РАН,
 Нижний Новгород, Россия
 Университет науки и технологии Пекина,
 Пекин, Китай
 E-mail: bormigar@yandex.ru

Поступило в Редакцию 23 марта 2018 г.

Проведено комплексное систематическое исследование влияния различных параметров процесса роста CVD-алмазов в микроволновой плазме (MPCVD-алмазов), таких как температура подложки, химический состав газовой смеси и др., на диэлектрические потери в двух частотных полосах (25–30 и 250–350 GHz) более чем для десяти образцов различных серий. Выявлена корреляция между величинами потерь в этих двух полосах частот.

DOI: 10.21883/PJTF.2018.21.46850.17307

Исследование диэлектрических свойств, в том числе диэлектрических потерь, в новых малопоглощающих материалах в миллиметровом и субмиллиметровом диапазонах электромагнитных волн является важной фундаментальной и прикладной задачей. Это относится, в частности, к материалам, из которых изготавливаются выходные окна мощных вакуумных генераторов, входные/выходные окна линий передач в электронике больших мощностей, включая входные окна термоядер-

10

ных реакторов [1,2]. Во всех этих примерах диэлектрические свойства материалов играют ключевую роль.

Наиболее перспективными материалами в данной области являются MPCVD-алмазы, выращенные методом осаждения из газовой фазы (chemical vapor deposition, CVD) в микроволновой плазме (microwave plasma, MP) [2–7].

Важной задачей является исследование влияния параметров процесса роста алмазов на их диэлектрические потери для оптимизации технологии производства. До сих пор этот вопрос не был изучен достаточно комплексно и систематически. Не хватает данных, полученных на основе систематических исследований диэлектрических потерь в большом числе образцов, выращенных при разных параметрах процесса роста, и в широком диапазоне частот.

Для этой цели была произведена большая партия (более десяти) образцов MPCVD-алмазов [7]. При производстве варьировались параметры процесса выращивания, в частности температура подложки, химический состав газовой смеси, включая концентрацию метана CH_4 в потоке в реактор и концентрацию азота N_2 , а также скорость роста. Были измерены диэлектрические потери в образцах в двух резонаторах на частотах ~ 25 и 30 GHz.

В настоящей работе частотный диапазон исследования образцов расширен до частот 250-350 GHz.

Более десяти образцов алмазных пленок было произведено с использованием MPCVD-реактора с резонатором куполообразной формы в Университете науки и технологии Пекина (УНТП) [7]. При производстве этих образцов систематически варьировались три наиболее важных параметра процесса роста: температура подложки, химический состав газовой смеси, включая концентрацию метана CH₄ в потоке в реактор и концентрацию азота N₂, а также скорость роста (табл. 1). Образцы алмазных пленок были разбиты на серии с условными обозначениями T, C и N, каждая из которых отвечает изменению одного из параметров (температуры подложки, концентрации метана и азота соответственно).

Геометрические параметры этих образцов (диаметр и толщина) оказались подходящими для того, чтобы можно было исследовать диэлектрические потери в образцах не только на частотах 25 и 30 GHz, но и на частотах на порядок выше (250–350 GHz).

Тангенс угла диэлектрических потерь tan δ алмазных образцов был измерен в УНТП [7] на частотах от 25 до 30 GHz с использованием

Эксперимен- тальная серия	Образец	Скорость потока CH ₄ /H ₂ , sccm	Темпе- ратура подложки, °С	Концент- рация N ₂ , ppm	Ско- рость роста, µm/h	Толщина образца, µm
Т (температура подложки)	$ \begin{array}{c} T-1 \\ T-2 & (C-2, N-1)^* \\ T-3 \end{array} $	15/300 15/300 15/300	$\begin{array}{c} 885 \pm 10 \\ 975 \pm 10 \\ 1040 \pm 10 \end{array}$		2.9 4.0 7.0	$188 \pm 2 \\ 237 \pm 2 \\ 243 \pm 2$
С (концентрация метана в потоке в реактор)	$\begin{array}{c} C-1 \\ C-2 \ (T-2, N-1)^* \\ C-3 \end{array}$	9/300 15/300 24/300	$\begin{array}{c} 975 \pm 10 \\ 975 \pm 10 \\ 975 \pm 10 \end{array}$		1.8 4.0 8.4	$\begin{array}{c} 202 \pm 2 \\ 237 \pm 2 \\ 231 \pm 2 \end{array}$
N (концентрация азота)	N-1 (T-2, C-2)* N-2 N-3 N-4 N-5	15/300 15/300 15/300 15/300 15/300	$\begin{array}{c} 975\pm10\\ 975\pm10\\ 975\pm10\\ 975\pm10\\ 975\pm10\\ 975\pm10\\ \end{array}$	0 0.1 1 10 40	4.0 4.0 4.9 10.2 18.3	$\begin{array}{c} 237 \pm 2 \\ 207 \pm 2 \\ 185 \pm 2 \\ 253 \pm 2 \\ 245 \pm 2 \end{array}$

Таблица 1. Параметры процесса роста образцов алмазных пленок и их толщина

* Этот образец присутствует во всех трех экспериментальных сериях.

двух металлических цилиндрических резонаторов. Соответствующая измерительная техника подробно описана в работе [8].

Диэлектрические потери образцов, представленных в табл. 1, были измерены в Институте прикладной физики РАН на частотах 250–350 GHz резонансным методом с помощью высокодобротного открытого резонатора Фабри-Перо [9]. Значения тангенса угла потерь в полосах частот 25–30 и 250–350 GHz приведены в табл. 2.

Диэлектрические потери на частотах $f < 100 \,\text{GHz}$ обусловлены главным образом наличием электрической проводимости на границах кристаллитов [5]. Частотная зависимость таких потерь может быть описана выражением

$$\tan \delta = a/f,\tag{1}$$

где $a = \sigma/2\pi\varepsilon\varepsilon_0$, ε — относительная диэлектрическая проницаемость, ε_0 — электрическая постоянная, σ — удельная проводимость.

На частотах $f > 100 \,\mathrm{GHz}$ проявляются два других механизма, при которых потери возрастают с частотой. Оба эти механизма связаны с

25 GHz-резонатор		30 GHz	-резонатор	Субмиллиметровый резонатор	
Частота, GHz	$\tan \delta$, 10^{-4}	Частота, GHz	$\tan \delta$, 10^{-4}	Частота, GHz	$\tan \delta$, 10^{-4}
24.38	1.74 ± 0.12	30.70	1.55 ± 0.12	348.01	0.47 ± 0.05
24.08	1.09 ± 0.08	29.75	0.96 ± 0.07	271.65	0.6 ± 0.5
24.04	8.15 ± 0.57	29.65	8.04 ± 0.56	266.16	2.9 ± 0.5
24.31	0.37 ± 0.02	30.43	0.30 ± 0.02	321.85	0.6 ± 0.05
24.11	3.40 ± 0.24	29.81	3.21 ± 0.22	275.67	1.0 ± 0.5
24.31	2.21 ± 0.15	30.32	2.32 ± 0.16	309.72	1.3 ± 0.5
24.41	2.60 ± 0.18	30.80	3.07 ± 0.21	349.5	1.8 ± 0.5
23.97	1.53 ± 0.11	29.41	1.70 ± 0.12	253.57	1.2 ± 0.5
24.03	1.00 ± 0.07	29.60	1.14 ± 0.08	264.03	1.1 ± 0.5
	25 GHz 4acrora, GHz 24.38 24.08 24.04 24.31 24.11 24.31 24.41 23.97 24.03	$\begin{array}{c c} 25{\rm GHz}\mbox{-pe3ohatop} \\ \hline \mbox{Hactora,} & \tan\delta, \\ \mbox{GHz} & 10^{-4} \\ \hline \mbox{24.38} & 1.74\pm0.12 \\ \mbox{24.08} & 1.09\pm0.08 \\ \mbox{24.04} & 8.15\pm0.57 \\ \mbox{24.31} & 0.37\pm0.02 \\ \mbox{24.31} & 2.21\pm0.15 \\ \mbox{24.41} & 2.60\pm0.18 \\ \mbox{23.97} & 1.53\pm0.11 \\ \mbox{24.03} & 1.00\pm0.07 \\ \hline \end{array}$	25 GHz-резонатор30 GHzЧастота, GHztan δ , 10 ⁻⁴ Частота, GHz24.38 1.74 ± 0.12 30.7024.08 1.09 ± 0.08 29.7524.04 8.15 ± 0.57 29.6524.31 0.37 ± 0.02 30.4324.11 3.40 ± 0.24 29.8124.31 2.21 ± 0.15 30.3224.41 2.60 ± 0.18 30.8023.97 1.53 ± 0.11 29.4124.03 1.00 ± 0.07 29.60	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $

Таблица 2. Диэлектрические потери в алмазных образцах

нарушениями упорядоченности в кристаллической решетке, включая различные дефекты кристаллической решетки, в частности границы между кристаллитами в поликристаллах, таких как MPCVD-алмазы, а также различные микрокаверны, точечные дефекты, примесные атомы и т.д. [10,11].

Первый механизм — однофононные диэлектрические потери, связанные с возбуждением акустических фононов, индуцированные неупорядоченностями кристаллической решетки [10]. Для этого механизма tan $\delta \sim f$.

На частотах f > 300 GHz в MPCVD-алмазах потери могут быть обусловлены также рэлеевским рассеянием на дефектах и микрокавернах [11]. Они резко возрастают с частотой.

Наблюдается корреляция между величинами потерь в частотных полосах 25–30 и 250–350 GHz практически для всех образцов. Она видна из рисунка, *a*, *b*.

Эта корреляция может быть объяснена следующим: в обеих частотных полосах основной вклад в диэлектрические потери вносят потери в областях вблизи границ кристаллитов. Это может быть связано с тем фактом, что в MPCVD-алмазах относительно большая объемная доля решеточных дефектов относится к областям, расположенным между кристаллитами (зернами).



Корреляция между величинами потерь в частотных полосах 25–30 и 250–350 GHz для различных серий образцов. *а* — серии *T* и *C*, *b* — серия *N*.

Таким образом, впервые проведено комплексное систематическое исследование диэлектрических потерь в частотных полосах 25–30 и 250–350 GHz более чем для десяти образцов MPCVD-алмазов, полученных при различных параметрах процесса роста, включая тем-

пературу подложки, концентрации метана и азота в газовой среде, а также скорость роста.

Обнаружена корреляция между значениями потерь в обеих частотных полосах для всех серий образцов. Такая корреляция может объясняться следующим образом: в обеих частотных полосах основной вклад в диэлектрические потери образцов вносят области, расположенные между кристаллитами (зернами).

Работа частично поддержана РФФИ (проект № 16-52-53140).

Список литературы

- [1] Thumm M. // Plasma Phys. Control. Fusion. 2003. V. 45. N 12A. P. A143-A161.
- [2] Schreck S., Aiello G., Meier A., Strauss D., Gagliardi M., Saibene G., Scherer T. // Fusion Eng. Design. 2016. V. 109–111. Pt B. P. 1232–1236.
- [3] Delgado D., Vila R. // J. Nucl. Mater. 2014. V. 452. N 1-3. P. 218-222.
- [4] Antipov S.P., Baryshev S.V., Butler J.E., Jing C., Kanareykin A.D., Schoessow P., Conde M., Gai W., Power J.G., Stoupin S. // Diamond Relat. Mater. 2015. V. 54. N 1. P. 15–18.
- [5] Паршин В.В., Гарин Б.М., Мясникова С.Е., Орленеков А.В. // Изв. вузов. Радиофизика. 2004. Т. XLVII. № 12. С. 1087–1095.
- [6] Chernov V.V., Gorbachev A.M., Vikharev A.L., Lobaev M.A. // Phys. Status Solidi A. 2016. V. 213. N 10. P. 2564–2569.
- [7] Liu Y.Q., Ding M.H., Su J.J., Ren H., Lu X.R., Tang W.Z. // Diamond Relat. Mater. 2017. V. 73. P. 114–120.
- [8] Janezic M.D., Kuester E.F., Jarvis J.B. Broadband complex permittivity measurements of dielectric substrates using a split-cylinder resonator // 2004 IEEE MTT-S Int. Microwave Symp. Digest. IEEE, 2004. P. 1817–1820.
- [9] Parshin V.V., Tretyakov M.Yu., Koshelev M.A., Serov E.A. // IEEE Sensors J. 2013. V. 13. N 1. P. 18–23. DOI: 10.1109/JSEN.2012.2215315
 [10] E. E.M. (J. E.M. 1000 T. 20 P. 11 00 011 0001
- [10] Гарин Б.М. // ФТТ. 1990. Т. 32. В. 11. С. 3314-3321.
- [11] Моченева О.С., Паршин В.В. // Изв. вузов. Радиофизика. 2007. Т. L. № 12. С. 1084–1057.