

04;12

Синтез алмазных пленок в сильноточном тлеющем разряде переменного тока

© С.А. Линник, А.В. Гайдайчук

Институт физики высоких технологий Национального исследовательского
Томского политехнического университета

E-mail: stepan_lin@mail.ru

Поступило в Редакцию 15 августа 2011 г.

Приведены результаты экспериментов по осаждению поликристаллических алмазных пленок на подложки из Si, Ti, Mo с использованием специально разработанной разрядной системы на тлеющем разряде переменного тока. С помощью атомно-силовой микроскопии и рентгеновского анализа определены фазовый состав и морфология полученных пленок. Установлено, что полученные алмазные пленки имеют высокую чистоту и кристалличность. Отсутствуют включения неалмазной фазы углерода. Скорость роста алмазной пленки 6–7 $\mu\text{m/h}$.

В последние несколько десятков лет наблюдается интенсивное развитие технологии химического осаждения алмазных пленок из газовой фазы (CVD-технологии). Для реализации CVD-метода осаждения алмазных пленок применяются реакторы, в которых активация реакционной газовой смеси осуществляется методами горячей нити, микроволновой плазмы, дуговых плазмотронов и тлеющего разряда. Каждый из способов активации обладает как достоинствами, так и недостатками. В частности, метод горячей нити (HFCVD) позволяет осажать алмазные пленки на площади свыше 2500 cm^2 , но максимальная скорость роста пленок не превышает 1 $\mu\text{m/h}$. Использование микроволновой плазмы (MWCVD) позволяет осажать пленки на площади до 900 cm^2 со скоростями до 20 $\mu\text{m/h}$, но стоимость подобных реакторов чрезвычайно высока. Дуговые плазмотроны (arcjet CVD) позволяют проводить осаждение со скоростью до 1 mm/h , а максимальная площадь осаждения не превышает 65 m^2 и для работы требуется очень большой расход газов.

Существует ряд работ по использованию аномального тлеющего разряда для синтеза алмазных пленок [1–3]. Этот метод очень перспективен из-за простоты оборудования и высоких скоростей роста. В случае

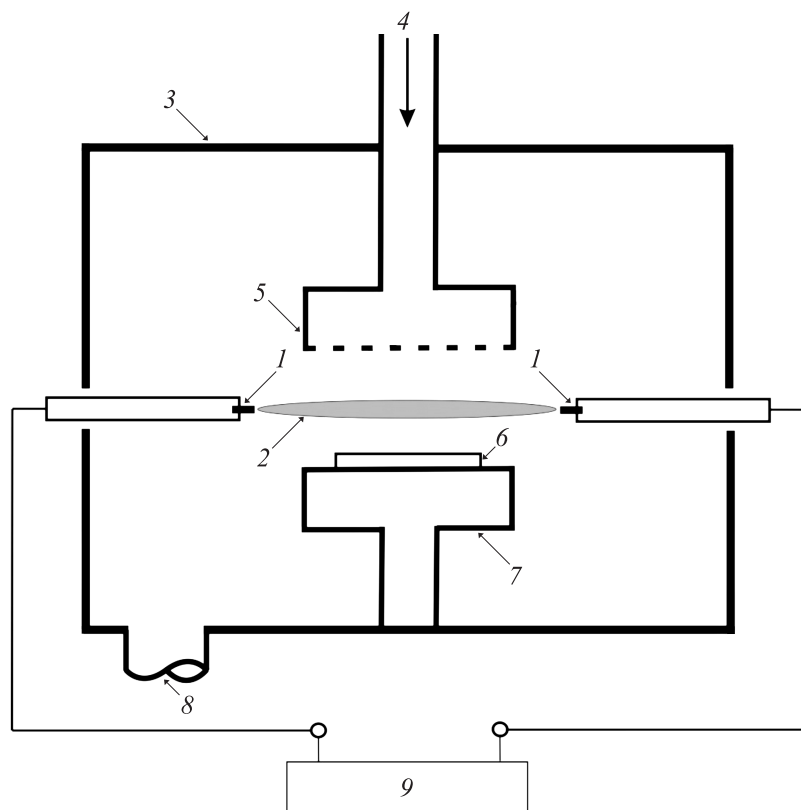


Рис. 1. Схема CVD-реактора на тлеющем разряде: 1 — вольфрамовые электроды, 2 — плазменный шнур, 3 — камера, 4 — подача газа, 5 — система распределения газа, 6 — подложка, 7 — подложкодержатель, 8 — откачка, 9 — источник питания.

создания эффективной, легко управляемой и надежной CVD-системы на тлеющем разряде этот метод мог бы эффективно применяться в промышленности в тех случаях, когда не требуется очень высокая чистота пленок, но необходима достаточно высокая скорость роста. Это может быть нанесение алмазных пленок на различный инструмент, производство теплоотводов, электрохимических электродов и т. д.

В данной работе на рассмотрение представлена специальная разрядная система для осаждения поликристаллических алмазных пленок в сильноточном тлеющем разряде переменного тока. На рис. 1 представлена схема экспериментального реактора. В этой системе смесь рабочих газов разлагается в плазме переменного квазидугового тлеющего разряда высокого давления. Горение разряда обеспечивается путем подведения переменного напряжения к паре электродов из тугоплавкого металла (вольфрам, тантал). Разряд имеет форму шнура, длина которого, в зависимости от межэлектродного расстояния, может достигать 20 и более сантиметров. Фотография плазменного шнура представлена на рис. 2, а. Подложка из Si, Mo, Ti располагалась непосредственно под плазменным шнуром. Температура подложки составляла 600–1000°C и обеспечивалась энергией плазмы. Температура контролировалась оптическим пирометром. Для обеспечения равномерности толщины пленки и стабилизации плазменного шнура использовалась специальная система распределения газа со множеством отверстий. Давление в рабочей камере при необходимости могло устанавливаться от 20 до 200 Торг. В качестве рабочих газов использовались CH_4 , H_2 , Ar в объемном соотношении 1 : 100 : 300. Избыток аргона необходим для того, чтобы поддерживать напряжение горения разряда достаточно низким и благодаря этому затрачивать меньшую мощность. Кроме того, при напряжениях свыше 250 V разряд становится плохо управляемым на больших (более 10 см) межэлектродных расстояниях.

В результате горения разряда в области над подложкой нарабатывается большое количество активных радикалов (CH_3 , C_2 , H), благодаря которым и происходит осаждение углерода в виде *sp*³-алмаза и травление его неалмазных фаз.

На рис. 2, б показана форма импульсов напряжения. В начале каждого импульса присутствует короткий поджигающий импульс. Он используется для зажигания разряда и впоследствии не мешает нормальной работе. Главными преимуществами использования переменного напряжения питания являются: одинаковая и существенно меньшая эрозия обоих электродов, чем на однополярном и постоянном питании; более стабильное горение разряда благодаря меньшему изгибанию плазменного шнура под действием конвекции.

В разработанном реакторе проводилось осаждение алмазных пленок на подложки из Si, Mo, Ti. На рис. 3 приведены атомно-силовая

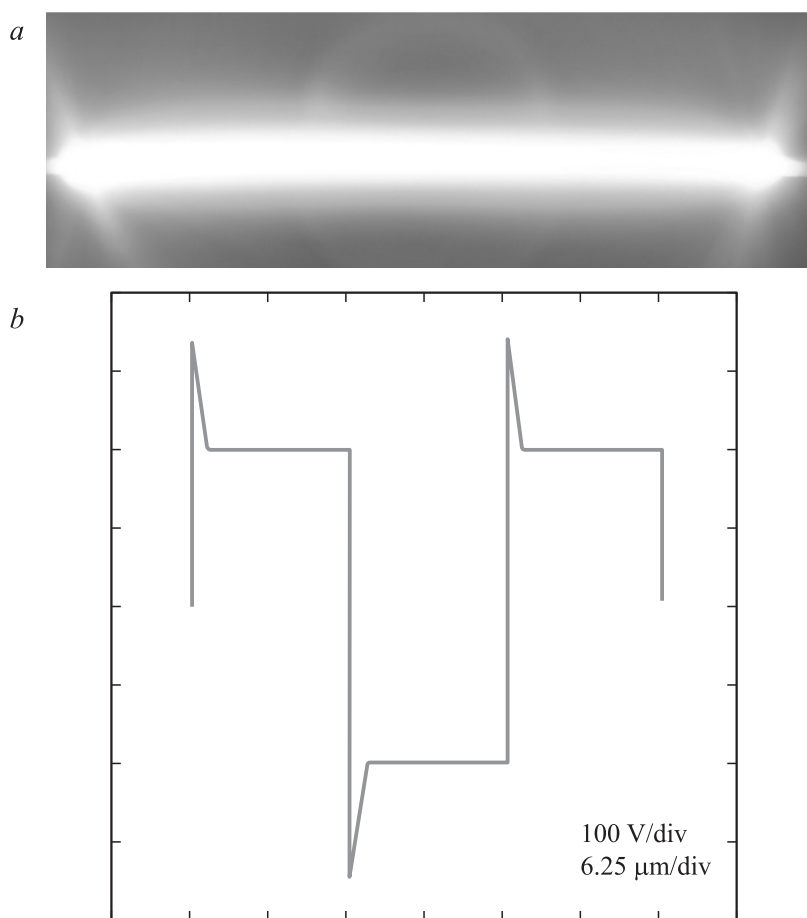


Рис. 2. Фотография (а) и осциллограмма (b) напряжения разряда.

микрофотография (АСМ) морфологии поверхности и рентгеновская дифрактограмма алмазной пленки на Si {100}. Толщина пленки составила 80 μm. Параметры осаждения указаны в таблице.

На микрофотографии видно, что размер отдельных кристаллитов достигает 25 μm. Поверхность алмазной пленки чистая, без видимых

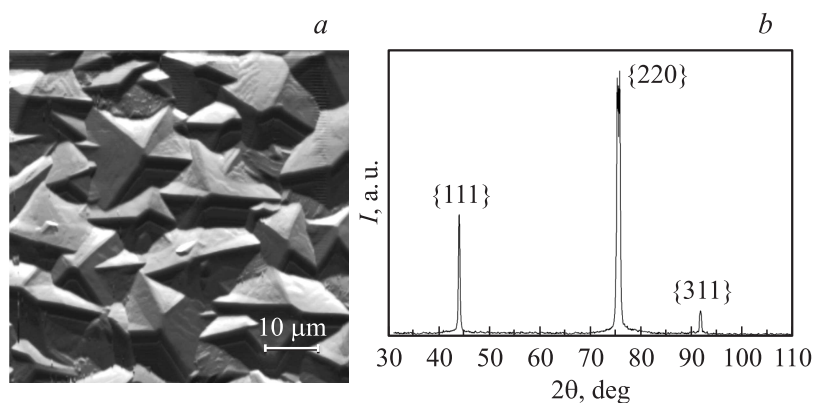


Рис. 3. АСМ-микрофотография (а) и рентгеновская дифрактограмма (b) полученной алмазной пленки.

Параметры осаждения алмазной пленки на кремнии

Температура подложки	800°C
Давление	100 Torr
Рабочие газы	Ar, H ₂ , CH ₄
Соотношение газов	300 : 100 : 1
Расход газов	401 ml/min
Ток разряда	10 А
Время роста	13 h

включений. Пленка имеет одинаковую толщину по всей площади, а также хорошую адгезию. На дифрактограмме видно, что все полученные линии точно совпадают с данными для природного кубического алмаза. Также на ней отсутствуют линии других фаз, что подтверждает чистоту алмазной пленки. Повышенная интенсивность линии алмаза {220} указывает на то, что большая часть кристаллитов ориентирована в одинаковом направлении. Это также подтверждается АСМ-микрофотографией и логически вытекает из колонной структуры зерен.

В экспериментах использовался источник питания с максимальным током 10 А. При таком токе скорость роста алмаза достигала 6–7 μm/h.

При увеличении тока происходил постепенный переход разряда в дуговой и, следовательно, увеличивалась скорость роста алмаза. Предположительно, при токах в 20 А скорость роста алмазной пленки будет достигать 30 $\mu\text{m/h}$.

Таким образом, была разработана специальная разрядная система на переменном сильноточном тлеющем разряде, позволяющая синтезировать поликристаллические алмазные пленки со скоростями 6–7 $\mu\text{m/h}$ на подложках из различных материалов (Si, Ti, Mo). Полученные пленки обладают высокой чистотой и кристалличностью, на что указывают данные рентгенофазового и АСМ-анализа. Разработанная разрядная система может служить основой высокопроизводительного оборудования для использования в технологии промышленного осаждения алмазных покрытий.

Список литературы

- [1] Polushkin V.M., Polyakov S.N., Rakhimov A.T., Suetin N.V., Timofeyev M.A., Tugarev V.A. // *Diamond Rel. Mater.* 1994. V. 3. P. 531.
- [2] Lee J.-K., Eun K.Y., Baik Y.-J., Cheon H.J., Rhyu J.W., Shin T.J., Park J.-W. // *Diamond Rel. Mater.* 2002. V. 11. P. 463.
- [3] Heiman A., Gouzman I., Christiansen S.H., Strunk H.P., Hoffman A. // *Diamond Rel. Mater.* 2000. V. 9. P. 866.