

# РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И НАПРЯЖЕННОГО СОСТОЯНИЯ АЛМАЗНЫХ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ

*И.И. Выровец, В.И. Грицына, С.Ф. Дудник, О.А. Опалев,  
Е.Н. Решетняк, В.Е. Стрельницкий*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
г. Харьков, Украина; E-mail: strelnitskij@kipt.kharkov.ua*

Рентгенографически исследованы фазовый состав, субструктура и напряженное состояние в покрытиях, полученных на молибденовых подложках в  $H_2/CH_4$ -плазме тлеющего разряда, стабилизированного магнитным полем. Установлено, что в процессе осаждения в поверхностном слое подложек формируется карбид  $Mo_2C$  с гексагональной структурой, на поверхности которого растет поликристаллическая нетекстурированная алмазная пленка. Показано, что зерна алмаза в пленках характеризуются блочной структурой с размером блоков 60...70 нм, плотностью дислокаций в объеме блоков  $10^8 \text{ см}^{-2}$  и периодом кристаллической решетки  $a_0 = 0,3567 \text{ нм}$ , характерным для природного алмаза. В пленках выявлены высокие сжимающие напряжения (до  $-2,8 \text{ ГПа}$ ), которые частично или полностью уравниваются растягивающими напряжениями карбидного слоя. Установлено, что предварительный “засев” подложки частицами алмазной пасты, стимулирующий увеличение плотности образования зародышей алмаза при осаждении, вызывает увеличение в 1,7 раза остаточных напряжений в алмазной пленке.

## ВВЕДЕНИЕ

Поликристаллические алмазные пленки, полученные методом химического газофазного осаждения, являются материалом, имеющим широкий потенциал использования в различных областях науки и техники. Одним из важных направлений их применения является изготовление чувствительных элементов датчиков ионизирующего излучения для работы в активной зоне АЭС. Для этого требуется синтезировать сплошные алмазные пленки толщиной от 100 мкм и выше с высокими диэлектрическими свойствами и радиационной стойкостью, которые достигаются при высоких чистоте и степени совершенства пленок [1,2]. Вышеуказанные требования могут обеспечить поликристаллические алмазные пленки, осажденные в тлеющем разряде постоянного тока, который стабилизируется магнитным полем [3-5].

Наиболее экономичным способом получения алмазных пленок достаточно большой площади является осаждение алмаза на инородных подложках из кремния или тугоплавких металлов с последующим отделением пленки от подложки. Зачастую для выращивания пленок используют предварительную обработку поверхности подложки алмазной пастой или порошком. “Засев” подложки микро- и нанокристалликами алмаза приводит к увеличению плотности центров зарождения алмазной пленки и их более однородному распределению по поверхности подложки. Однако при реализации технологических процессов получения свободных от подложки алмазных пленок большой толщины возникает ряд трудностей, связанных с высокими остаточными напряжениями, обусловленными высокой температурой процесса осаждения и большой разницей коэффициентов термического расширения пленки и подложки. Высокие напряжения могут привести к растрескиванию или разрушению пленки. Целью данной работы являлось исследование методом рентгеновской дифрактометрии структуры и напряженного состояния алмазных пленок, полученных в

тлеющем разряде на молибденовых подложках, а также выяснение влияния предварительной подготовки поверхности подложек на уровень остаточных напряжений в пленках.

## 1. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Пленки были получены в тлеющем разряде, стабилизированном магнитным полем, в смеси  $H_2$  и  $CH_4$  на подложках из полированного поликристаллического молибдена. Давление газовой смеси с концентрацией метана 0,7...1 % составляло  $2 \cdot 10^4 \text{ Па}$ , а температура подложки поддерживалась на уровне 1170...1180°C. Осаждение проводилось в течение 16 ч на подложку, которая подвергалась “засеву” кристалликами алмаза, и на необработанную подложку. “Засев” подложки осуществлялся путем механической обработки ее поверхности алмазной пастой (размер частиц  $<1 \text{ мкм}$ ).

Количество осажденного углерода контролировалось с помощью гравиметрического метода. Влияние обработки подложки на процесс зародышеобразования и структуру пленок было исследовано методом оптической микроскопии (ММУ-3). По данным микроскопии определялась плотность образования зародышей алмаза на поверхности подложек после двух часов осаждения и средний размер зерна на поверхности полученных пленок.

Рентгеноструктурные исследования, включающие анализ фазового состава, текстуры, субструктуры и определение уровня остаточных напряжений в пленках, производились на аппарате ДРОН-3 в фильтрованном излучении  $Cu-K\alpha$  в интервале углов  $2\theta$  от 20 до 150°. Объектами рентгенодифрактометрических исследований служили системы “пленка на подложке”. Для определения размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и уровня микродеформаций в пленках был использован способ аппроксимации. Исследование остаточных напряжений в покрытиях выполнялось  $\sin^2\psi$ -методом путем прецизионного измерения межплоскостных расстоя-

ний при проведении многократных наклонных съемок.

## 2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Анализ дифрактограмм покрытий показал, что на них выявляются линии двух поликристаллических фаз: алмаза (пространственная группа  $Fm\bar{3}m$  кубической сингонии) и карбида  $Mo_2C$  с гексагональной структурой. Линии подложки из  $Mo$  не выявляются. Участок одной из дифрактограмм приведен на рис. 1. Карбид  $Mo_2C$  формируется в поверхностном слое подложек в процессе осаждения пленки вследствие диффузии атомов углерода в молибден. Толщина карбида почти не зависит от способа подготовки подложки перед осаждением, определяется ее температурой и для исследованных пленок составляет 7...8 мкм [6, 7].

Соотношение интенсивности линий алмаза на дифрактограммах свидетельствует, что пленки не являются текстурированными и характеризуются хаотичной ориентацией алмазных кристаллитов. При этом интенсивность линий алмаза на дифрактограмме пленки, осажденной на "незасеянную подложку", в 1,7 раза выше, чем соответствующих линий для пленки на обработанной подложке. Это может быть обусловлено разной толщиной алмазного слоя, увеличение которой (при использованных условиях съемки и толщинах покрытий) приводит к пропорциональному увеличению облучаемого объема, а значит, и интенсивности дифракционных линий. Такое предположение подтверждается данными гравиметрического взвешивания, согласно которым толщина пленки на необработанной подложке

составляет 57 мкм, а на обработанной – 35 мкм. Причины такой существенной разницы средней скорости осаждения пленок (4,1 и 2,5 мкм/ч соответственно) кроются в начальной стадии их роста. Пленки на "засеянных" подложках через два часа осаждения являются достаточно гладкими и сплошными с плотностью образования зародышей алмаза  $3 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ . При этом же времени осаждения на необработанных подложках пленки остаются островковыми и характеризуются на порядок меньшей плотностью зародышей алмаза на поверхности  $Mo$ , равной  $2 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ . Дальнейший рост такой пленки происходит за счет разрастания островков, которые, смыкаясь, образуют алмазную пленку с более крупным зерном и развитым рельефом, чем на обработанных подложках. Действительно, согласно данным микроскопии в толстой пленке на "незасеянной подложке" средний размер зерен алмаза составляет 20 мкм, что почти в два раза превосходит значение для пленки на обработанной подложке. Таким образом, выявленную разницу в толщине покрытий обуславливает более низкая скорость роста гладкой сплошной пленки по сравнению со скоростью роста пленки с развитым поверхностным рельефом.

Определение параметров субструктуры алмазных пленок было произведено способом аппроксимации по уширению дифракционных линий (111), (220), (311), (331) с учетом постоянной Шеррера  $K_{hkl}$  для отражений с различными кристаллографическими индексами Миллера ( $hkl$ ) ГЦК кристаллической решетки [8]. В качестве аппроксимирующей функции была использована функция Коши.

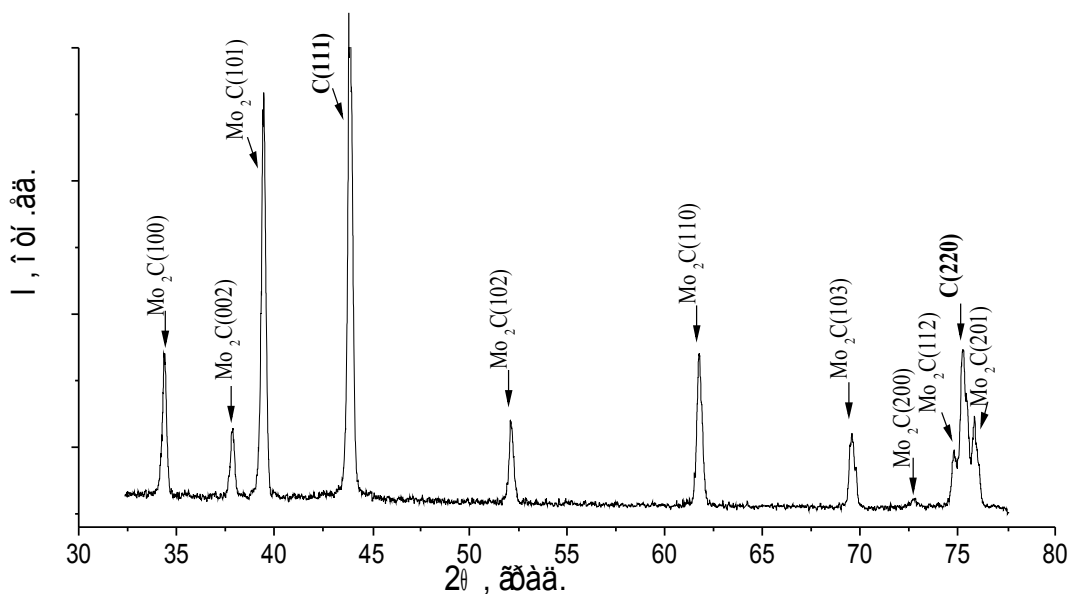


Рис.1. Дифрактограмма образца, полученного на "незасеянной" подложке из молибдена, на которой выявляются линии алмаза (C) и карбида молибдена ( $Mo_2C$ )

После первичной обработки дифрактограмм, выделения дублета, аппроксимации, учета инструментального уширения эталона и постоянной Шеррера размерный и деформационный вклад в физическое уширение линий  $\beta$  разделяли путем построения графиков Холла в

координатах  $\beta \cdot \cos \theta \cdot \sin \theta$ . Оказалось, что графики Холла для алмазных пленок на обработанной и необработанной подложках практически совпадают (в пределах погрешности), а основной вклад в уширение дифракционных линий вносит размерный фактор. По результатам

расчетов размер ОКР в алмазных пленках составляет 60...70 нм, а уровень микродеформаций не превышает 0,35 %, что соответствует плотности хаотично распределенных в объеме ОКР дислокаций  $10^8 \text{ см}^{-2}$ . Таким образом, микронные зерна алмаза в пленках имеют блочную структуру с размером блока доли микрометра и достаточно совершенным строением внутри блоков.

Для определения величины остаточных напряжений в алмазной пленке было выбрано отражение (331). Анализ напряженного состояния карбидного слоя  $\text{Mo}_2\text{C}$  проводился по двум отражениям (213) и (302). Дифрактограммы наклонных съемок одного из образцов приведены на рис. 2. Линии на дифрактограммах относительно узкие и каждая представлена двумя линиями дублета  $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$ . Видно, что с увеличением угла наклона  $\psi$  от 0 до 50 град линии на дифрактограмме достаточно сильно смещаются, причем линия алмаза смещается в сторону больших углов, а линии карбида – в сторону меньших. Это означает, что в алмазной пленке и карбидном слое действуют напряжения разных знаков. При больших углах наклона происходит наложение линий (331) алмаза и (302) карбида, что затрудняет обработку дифрактограмм. Для определения положения дифракционных максимумов разделение накладывающихся линий производилось при помощи компьютерной программы New\_Profile, при этом абсолютная погрешность определения межплоскостного расстояния не превосходила  $\Delta d = 2 \cdot 10^{-5}$  нм.

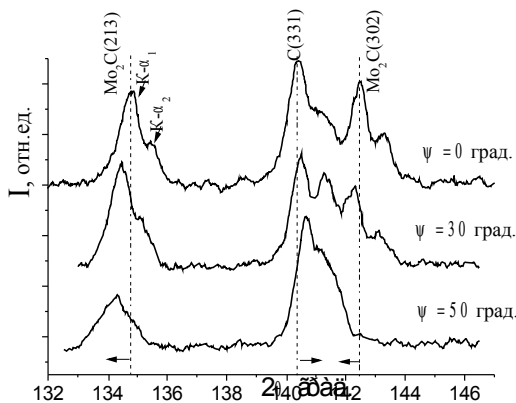


Рис.2. Дифрактограммы наклонных съемок образца на “незасеянной” подложке из молибдена, полученные при разных углах наклона  $\psi$

Построенные по результатам обработки дифрактограмм  $d \cdot \sin^2 \psi$  графики одного из образцов приведены на рис. 3. Экспериментальные точки на графиках хорошо укладываются на прямые, каждая из которых в случае плосконапряженного симметричного состояния описывается выражением:

$$d = d_0 \frac{1+\nu}{E} \sigma \sin^2 \psi + d_{\perp}, \quad (1)$$

где  $d_{\perp}$  - значение межплоскостного расстояния, измеренное в направлении нормали к отражающим плоскостям ( $\psi = 0^\circ$ );  $d_0$  - значение межплоскостного расстояния, соответствующее ненапряженному состоянию;  $\sigma$  - компонента нормальных напряжений в плоскости покрытия;  $\nu$  и  $E$  - коэффициент Пуассона модуль Юнга материала покрытия.

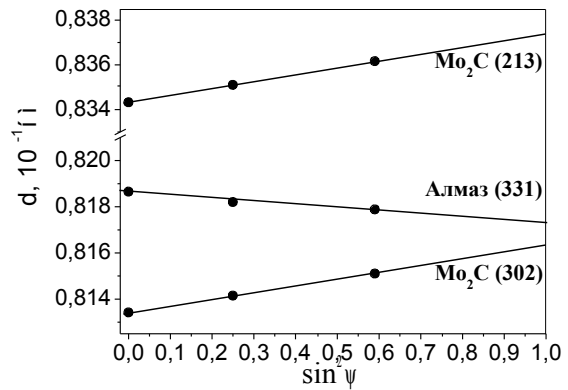


Рис.3.  $\sin^2 \psi$ -графики образца на “незасеянной” подложке из молибдена, построенные по результатам наклонных съемок отражений (331) алмаза и (213), (302) карбида  $\text{Mo}_2\text{C}$

Аппроксимируя точки на графике прямой, по тангенсу угла ее наклона можно определить уровень остаточных напряжений, если известны значения модуля Юнга и коэффициента Пуассона. В данной работе были использованы значения:  $E = 1,1 \cdot 10^3$  ГПа,  $\nu = 0,07$  для алмаза и  $E = 544$  ГПа,  $\nu = 0,25$  для карбида  $\text{Mo}_2\text{C}$  [9]. Следует отметить, что графики, соответствующие разным отражениям карбида, параллельны и свидетельствует о равенстве остаточных упругих деформаций, измеренных в разных кристаллографических направлениях гексагонального карбида. Значения напряжений, рассчитанные по наклонам этих графиков, отличаются в сотых долях ГПа. Это свидетельствует о квазиизотропности слоя  $\text{Mo}_2\text{C}$  и достаточно высокой точности определения напряжений ( $\Delta \sigma / \sigma = 1,5\%$ ).

Значение межплоскостного расстояния, соответствующее ненапряженному состоянию  $d_0$ , также определяется из  $\sin^2 \psi$ -графиков при значении  $\psi_0$ , соответствующем недеформированному сечению эллипсоида деформаций:

$$\sin^2 \psi_0 = \frac{2\nu}{1+\nu}. \quad (2)$$

Информация о  $d_0$  является крайне важной, поскольку позволяет рассчитать периоды кристаллической решетки ненапряженных фаз. Кубическая решетка алмаза характеризуется одним параметром ( $a_0$ ), для расчета которого достаточно отражения ( $hkl$ ) с любыми индексами:

$$a_0 = d_0 \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (3)$$

Гексагональная структура  $\text{Mo}_2\text{C}$  характеризуется двумя параметрами ( $a_0, c_0$ ), для определения которых необходимо два отражения, желательно с индексами ( $hk0$ ) и ( $00l$ ):

$$\frac{1}{d_0^2} = \frac{4}{3} \cdot \frac{h^2 + k^2 + hk}{a_0^2} + \frac{l^2}{c_0^2}. \quad (4)$$

К сожалению, в прецизионной области углов дифракции наиболее сильными отражениями этой фазы являются (213) и (302), анализируемые в работе, поэтому расчет параметров решетки карбида, соответствующих ненапряженному состоянию, производился путем решения системы двух уравнений вида (4), составлен-

ной по результатам определения  $d_o$  для плоскостей (213) и (302).

Результаты расчетов параметров, характеризующих напряженное состояние образцов на “засеянной” и “незасеянной” подложках, приведены в таблице.

**Результаты определения параметров напряженного состояния покрытий**

Фазы	hkl	Параметр	“Засеянная” подложка	“Незасеянная” подложка
Алмаз	(311)	$\sigma$ , ГПа	-2,8	-1,6
		$a_0$ , нм	0,3567	0,3567
Карбид	(213)	$\sigma$ , ГПа	+1,9	+1,6
		$a_0$ , нм	0,3001	0,3003
		$c_0$ , нм	0,4763	0,4761

Как и следовало ожидать, параметры кристаллической структуры в покрытиях, полученных в одинаковых условиях, имеют близкие значения. Период решетки алмаза в пленках  $a_0 = 0,3567$  нм совпадает с табличным значением, характерным для природного алмаза, что свидетельствует о высоком качестве и чистоте полученных покрытий. Карбид  $\text{Mo}_2\text{C}$  характеризуется завышенным по сравнению с табличным значением  $c_0$  и несколько заниженным  $a_0$  ( $a_{\text{табл}}=0,3006$  нм,  $c_{\text{табл}}=0,4734$  нм [10]). Это может быть обусловлено отклонением от стехиометрического состава карбида, по-видимому, в сторону увеличения содержания углерода.

Алмазные пленки, нанесенные на поверхность молибденовой подложки, испытывают напряжения сжатия. Величина напряжений в пленке на “незасеянной” подложке составляет  $-1,6$  ГПа. Эти напряжения сжатия уравновешиваются растягивающими напряжениями, которые испытывает карбидная прослойка полученного покрытия. В покрытии на “засеянной” подложке напряжения сжатия уравновешиваются карбидным слоем не полностью. Несмотря на то, что толщина алмазного слоя на обработанной подложке существенно ниже, чем на необработанной, уровень остаточных напряжений сжатия в нем почти в два раза выше и составляет  $-2,8$  ГПа. Это достаточно высокий уровень напряжений, поскольку предел прочности алмаза на сжатие при комнатной температуре составляет  $3,75$  ГПа.

Такая разница в уровне напряжений в алмазных пленках на обработанной и необработанной подложках, по-видимому, объясняется различной степенью релаксации высоких сжимающих напряжений термического напряжения  $\sigma_{\text{терм}}$ , обусловленных высокой температурой осаждения покрытий и большой разницей коэффициентов термического расширения пленки  $\alpha_{\text{пл}}$  и подложки  $\alpha_{\text{подл}}$ :

$$\sigma_{\text{терм}} = \frac{E}{1-\nu} (\alpha_{\text{пл}} - \alpha_{\text{подл}}) \Delta T. \quad (5)$$

Расчет по формуле (5) термических напряжений в алмазной пленке ( $\alpha_{\text{алмаз}}=0,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) на молибденовой подложке ( $\alpha_{\text{Мо}}=5,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ), возникающих при охлаждении пленки от температуры осаждения до комнатной ( $\Delta T=1000 \text{ K}$ ), дает значение напряжений сжатия около  $-5$  ГПа, что существенно выше найденных экспериментально значений. Еще выше уровень сжимающих напряжений (до  $-8$  ГПа), если рассматривать охлаждение алмазной пленки на карбиде ( $\alpha_{\text{МоС}}=7,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ). По-видимому, уровень напряжений в алмазной пленке и карбидном слое определяется сложным балансом процессов, связанных с образованием напряжений разного знака в каждом из слоев и их релаксацией. Так, помимо напряжений сжатия в пленке термического происхождения следует учитывать: термические напряжения растяжения в карбидном слое на молибденовой подложке (до  $+2$  ГПа); напряжения сжатия в поверхностном слое подложки, обусловленные ее насыщением углеродом; напряжения, связанные с фазовыми превращениями при образовании карбида и его охлаждении.

Принципиальным отличием пленок на обработанной и необработанной поверхностях является степень их связи с подложкой. По-видимому, существенно меньшая площадь контакта пленки с необработанной подложкой, обусловленная особенностями стадии зародышеобразования, обуславливает возможность лучшей релаксации напряжений в алмазном слое, например, за счет пластической деформации в локальных областях подложки, имеющих слабую связь с пленкой.

Таким образом, “засев” подложки, стимулирующий увеличение плотности образования зародышей алмаза на ее поверхности, а значит, площади контакта между пленкой и подложкой, приводит к росту остаточных напряжений в алмазной пленке, что может привести к ухудшению ее адгезии. Действительно, дальнейшие исследования роста алмазных пленок в выбранных условиях осаждения показали, что на обработанных подложках, как правило, не удается получить пленки толщиной свыше  $40$  мкм. После остывания образцов от температуры осаждения до комнатной такие толстые пленки отделяются от подложек, рассыпаясь на мельчайшие части. На “незасеянной” подложке за  $30$  ч осаждения получена пленка толщиной  $106$  мкм, которая при медленном остывании отслоилась от молибденовой подложки без разрушения. Подложка, от которой отделилась пленка, была подвергнута рентгеноструктурным исследованиям со стороны пленки и с обратной стороны, примыкавшей при осаждении к подложкодержателю. Полученные дифрактограммы были идентичны. На них присутствовали только линии  $\text{Mo}_2\text{C}$  с периодами решетки, близкими к табличным значениям карбида стехиометрического состава  $a_o=0,3012$  нм,  $c_o=0,4735$  нм. Уровень остаточных напряжений в карбидном слое был ниже, чем в исследованных ранее образцах с пленкой и составлял  $+0,9$  ГПа со стороны пленки и  $+0,6$  ГПа со стороны подложки. По-видимому, уровень напряжений в карбидном слое полученных покрытий является суммой растягивающих напряжений, обусловленных влиянием алмазной пленки и молибденовой подложки. При отрыве пленки по границе “алмаз-карбид” составляющая напряжений, обусловленная пленкой, снимается.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методами рентгеноструктурного анализа исследованы структура и напряженное состояние покрытий, полученных в тлеющем разряде, стабилизированном магнитным полем, в смеси  $H_2$  и  $CH_4$ . Обнаружено, что в процессе осаждения в поверхностном слое подложек из молибдена формируется карбид  $Mo_2C$  с гексагональной структурой, на поверхности которого растут поликристаллические нетекстурированные алмазные пленки высокого качества. В пленках выявлены высокие сжимающие напряжения (до  $-2,8$  ГПа), которые частично или полностью уравниваются растягивающими напряжениями карбидного слоя. Установлено, что предварительный “засев” подложки частицами алмазной пасты, стимулирующий увеличение плотности образования зародышей алмаза на поверхности подложки при осаждении, вызывает увеличение в 1,7 раза остаточных напряжений в алмазной пленке.

## ЛИТЕРАТУРА

1. V. Rebisz, A. Martemiyarov, E. Berdermann, M. Pomorski et al. Synthetic diamond for heavy-ion therapy dosimetry // *Diamond & Related Materials*. 2006, v. 15, p. 822–826.
2. T. Tanaka, J. Kaneko, Y. Kasugai, M. Katagiri. Radiation tolerance of type Ia synthetic diamond detector for 14 MeV neutrons // *Diamond & Related Materials*. 2005, v. 14, p. 2031–2034.
3. В.К. Пашнев, О.А. Опалев, В.И. Грицына, Ю.А. Бизюков, В.В. Брык, В.Е. Стрельницкий, З.И. Колупаева. Осаждение алмазных покрытий с использованием тлеющего разряда, стабилизированного

магнитным полем // *Физическая инженерия поверхности*. 2003, т.1, №1, с. 49–55.

4. V.K. Pashnev, V.E. Strel'nitskij, O.A. Opalev, V.I. Gritsina, I.I. Vyrovets, Yu. Ya. Bizyukov Influence of a Transverse Magnetic Field on the Characteristics of a DC Gas Discharge // *Plasma Physics Reports*. 2004, v. 30, № 9, p. 15–20.
5. В.К. Пашнев, В.Е. Стрельницкий, О.А. Опалев и др. Использование тлеющего разряда, стабилизированного магнитным полем, для синтеза алмазных покрытий // *ВАНТ. Серия: “Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники”*. 2004, №6, с. 50–60.
6. И.И. Выровец, В.И. Грицына, О.А. Опалев, Е.Н. Решетняк, В.Е. Стрельницкий. Формирование поликристаллических алмазных пленок в тлеющем разряде, стабилизированном магнитным полем // *Материалы Международной конференции «Физико-химические основы формирования и модификации микро- и наноструктур»*. Харьков: НФТЦ. 2007, с. 23–25.
7. И.И. Выровец, В.И. Грицына, О.А. Опалев, Е.Н. Решетняк, В.Е. Стрельницкий. Использование микро- и нанодисперсного алмаза для осаждения поликристаллических алмазных пленок в тлеющем разряде // *Физическая инженерия поверхности*. 2007, т.5, №1–2, с. 87–93.
8. А.И. Гусев. *Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии*. М.: “Физматлит”, 2005, 416 с.
9. *Карбиды и сплавы на их основе* / Под ред. Г.В. Самсонова Киев: “Наукова думка”, 1976, 305 с.
10. О.М. Барабаш, Ю.Н. Коваль. *Кристаллическая структура металлов и сплавов*. Киев: «Наукова думка», 1986, 352 с.

## РЕНТГЕНОГРАФІЧНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ ТА НАПРУЖЕНОГО СТАНУ АЛМАЗНИХ ПОКРИТТІВ, ОТРИМАНИХ У ТЛЮЧОМУ РОЗРЯДІ

**І.І. Вировець, В.І. Грицына, С.Ф. Дуднік, О.А. Опалєв, О.М. Решетняк, В.Є. Стрельницький**

Рентгенографічно досліджені фазовий склад, субструктура і напружений стан у покриттях, отриманих на молибденових підкладках у  $H_2/CH_4$ -плазмі тліючого розряду, що стабілізується магнітним полем. Встановлено, що в процесі осаження в поверхневому шарі підкладок формується карбід  $Mo_2C$  з гексагональною структурою, на поверхні якого росте полікристалічна нетекстурована алмазна плівка. Показано, що зерна алмазу в плівках характеризуються блочною структурою з розміром блоків 60...70 нм, щільністю дислокацій в об'ємі блоків  $10^8$  см<sup>-2</sup> і періодом кристалічної решітки  $a_0 = 0,3567$  нм, що характерний для природного алмазу. У плівках виявлені високі стискаючі напруження (до  $-2,8$  ГПа), які частково або повністю врівноважуються напруженнями розтягування карбідного шару. Встановлено, що попередній “засів” підкладки частками алмазної пасту, який стимулює збільшення густини утворення зародків алмазу при осадженні, викликає збільшення в 1,7 рази залишкових напружень в алмазній плівці.

## X-RAY ANALYSIS OF STRUCTURE AND STRESS STATE IN DIAMOND COATING DEPOSITED IN GLOW DISCHARGE

**I.I. Vyrovets, V.I. Gritsina, S.F. Dudnik, O.A. Opalev, E.N. Reshetnyak, V.E. Strel'nitskij**

The phase composition, substructure and stress state in diamond coating deposited on Mo substrates in glow discharge stabilized by the magnetic field in  $H_2/CH_4$  mixture have been investigated by the X-ray analysis. It was shown that carbide  $Mo_2C$  with hexagonal structure was being formed in the surface layer during process of deposition. Polycrystalline non-textured diamond films growths on the surface of this carbide. It was shown, that diamond grains in coatings are characterised with block structure with size 60...70 nm, dislocation density of  $10^8$  cm<sup>-2</sup> and lattice spacing  $a_0 = 0,3567$  nm, that it is the same as for natural diamond. In the coatings high compressive stress (up to  $-2,8$  GPa) were found, that compensated by carbide layer tensile stress partly or fully. Preliminary seeding of substrate surface by diamond paste, that stimulated increasing of diamond nucleation, results in increasing of the intrinsic stresses in 1,7 times.