

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ПОСТОЯННОГО ТОКА ДЛЯ СИНТЕЗА АЛМАЗНЫХ ПОКРЫТИЙ

В.И. Грицына, С.Ф. Дудник, О.А. Опалев, В.Е. Стрельницкий

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

E-mail: strelnitskij@kipt.kharkov.ua

Приведены результаты исследований по влиянию величины плавающего потенциала на подложкодержателях различных размеров на форму и стабильность горения разряда постоянного тока при наличии магнитного поля. Определены условия стабильного горения разряда в течение длительного времени (до 6 ч) при нулевом потенциале на подложкодержателе. Показано, что в интервале токов 4...8,5 А и диапазоне давлений 75...120 мм рт. ст. на образцах, расположенных на подложкодержателе, можно достигать температур от 1100 до 1250 °С, что вполне достаточно для зарождения и синтеза алмазных покрытий.

ВВЕДЕНИЕ

Одной из основных проблем на пути использования алмазных покрытий, полученных CVD-методом, остаются их высокая себестоимость и не всегда высокое качество. Поэтому значительные усилия прилагаются по уменьшению энергозатратности производства и улучшению качества структуры поликристаллических алмазных покрытий, что не в последнюю очередь связано с оптимизацией системы возбуждения газовой среды, а также с увеличением общей мощности используемого оборудования [1–3].

В НИЦ ХФТИ для синтеза алмаза из газовой фазы в свое время был разработан и успешно применяется в настоящее время оригинальный метод, основанный на использовании тлеющего разряда, стабилизированного магнитным полем [4]. Оборудование подобного типа гораздо проще и дешевле, чем широко используемые в настоящее время устройства на основе СВЧ. Характерной особенностью данного метода является наличие отрицательного плавающего потенциала на подложкодержателе, достигающего нескольких сотен вольт. Однако наличие высокого плавающего потенциала на изолированном подложкодержателе вызывает бомбардировку поверхности конденсации ускоренными ионами и приводит к образованию структурных дефектов в кристаллической решетке алмаза, а также увеличивает вероятность образования новых кристаллических зародышей на поверхностях растущих кристаллов алмаза. Все эти процессы могут негативно влиять на качество получаемого алмазного материала.

Целью данной работы было изучение особенностей горения тлеющего разряда постоянного тока и формы разряда в зависимости от плавающего потенциала на подложкодержателях разных размеров при наличии магнитного поля при условиях, обеспечивающих синтез поликристаллических алмазных покрытий.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Известно [5], что форма горения разряда постоянного тока и его стабильность зависят от геометрии электродов, расстояния между ними,

величины давления, состава газовой среды, величины напряжения на электродах, тока в разряде и некоторых других факторов. Это касается любых типов разрядов постоянного тока в газовой среде, в том числе и так называемого тлеющего разряда, который использовался для синтеза алмазных покрытий в данной работе. Общая схема экспериментального оборудования приведена на рис. 1.

Для исследования зависимости величины потенциала подложкодержателя на стабильность горения и форму разряда была предусмотрена возможность управления этой величиной. Для этого подложкодержатель через переменное сопротивление был соединен с землей. В эту цепь был также подсоединен амперметр для контроля части тока, проходившего через подложкодержатель, от общей величины тока тлеющего разряда.

Как и в работе [4], в вакуумной камере был оставлен кольцевой постоянный магнит, закрытый медной кольцевой анодной вставкой. Наличие постоянного магнитного поля позволяет увеличить плотность электронов в плазменном шнуре, что увеличивает эффективность процесса осаждения алмазного материала при дополнительной активации газовой смеси вследствие электронных соударений [6].

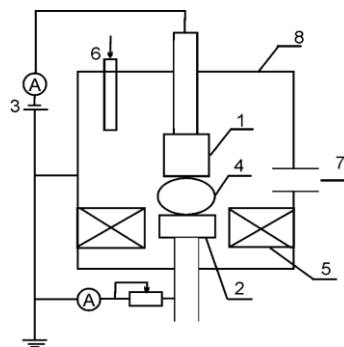


Рис. 1. Схема экспериментального оборудования:
1 – цилиндрический водоохлаждаемый катод;
2 – подложкодержатель; 3 – источник питания;
4 – разряд; 5 – кольцевой постоянный магнит;
6 – напуск газа; 7 – откачка; 8 – вакуумная камера

Для исследования влияния размера подложкодержателя на форму разряда и стабильность его горения были изготовлены молибденовые сменные подложкодержатели с диаметрами 41, 51 и 62 мм. В соответствии с этим диаметр цельнометаллического водоохлаждаемого молибденового катода, который использовался ранее в конструкции для активации газовой смеси в устройстве с изолированным подложкодержателем, был увеличен с 60 до 66 мм и изменена его форма с полусферической на цилиндрическую.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Как показали проведенные эксперименты, при уменьшении сопротивления между подложкодержателем и заземленной анодной вставкой с 250 до 50 Ом разряд практически не отличался от разряда при полностью изолированном подложкодержателе. Плавающий потенциал на изолированном подложкодержателе в зависимости от тока разряда и расстояния между катодом и анодом мог составлять 180...260 В. При сопротивлении 50 Ом потенциал подложкодержателя уменьшался до 80...100 В, при этом доля тока через подложкодержатель составляла около 20% от общего тока разряда. Дальнейшее уменьшение сопротивления в диапазоне давлений 120...160 мм рт. ст. приводило к частой контракции разряда с неконтролируемым ростом температуры на подложкодержателе, что делало невозможным стабильный синтез алмазной пленки. Проведенные эксперименты показали, что при уменьшении расстояния между катодом и подложкодержателем до соотношения его к диаметру катода примерно 1:3 удается достигнуть долгосрочного стабильного горения тлеющего разряда в диапазоне давлений 60...120 мм рт. ст. при полностью заземленном подложкодержателе. При этом разряд горит между катодом и подложкодержателем, являющимся в данном случае анодом.

Горение разряда в таких условиях было стабильным и управляемым в пределах изменения величины тока разряда, который мог обеспечить источник питания с максимальной мощностью в 7 кВт и максимальной токовой нагрузкой до 9 А. Стоит отметить, что доля тока, проходящего через подложкодержатель, составляла 90...95% от общего тока разряда. На рис. 2 показана фотография горения тлеющего разряда на подложкодержатель диаметром 41 мм. Такое стабильное горение наблюдалось в диапазоне давлений 60...120 мм рт. ст. и при концентрациях метана 0,25...1%.

В случае подложкодержателей большего размера, а именно 51 и 62 мм, исследования показали, что разряд при заземленных подложкодержателях ведет себя в целом подобным образом. Но стоит отметить некоторые особенности в поведении и форме разряда при увеличении размера подложкодержателя с 41 до 50...60 мм. Это касается влияния величины тока разряда на указанные выше характеристики. Так, область горения тлеющего разряда при давлении в камере,

не превышающем 75 мм рт. ст., покрывала всю поверхность подложкодержателя диаметром 62 мм лишь при величине тока не меньше 8...8,5 А и имела куполообразную форму с пологой вершиной возле центра катода (рис. 3).

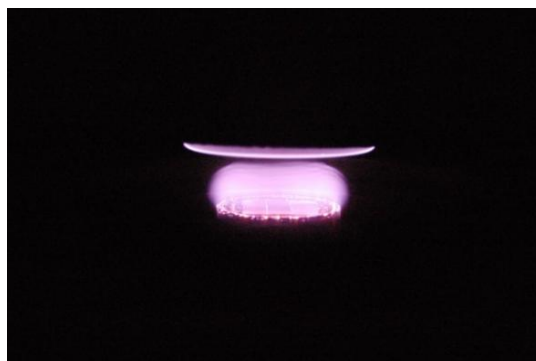


Рис. 2. Разряд с экспозицией 1/1000 с в среде водорода с 0,25% метана при заземленном подложкодержателе диаметром 41 мм; ток разряда 5 А

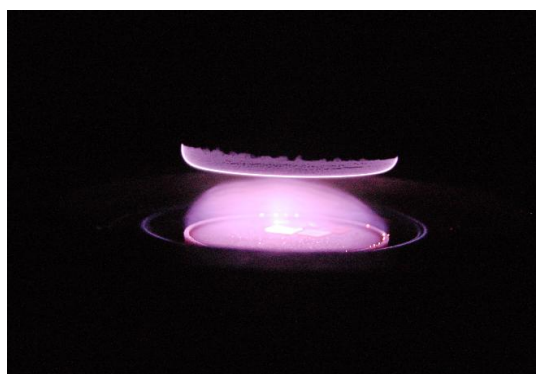
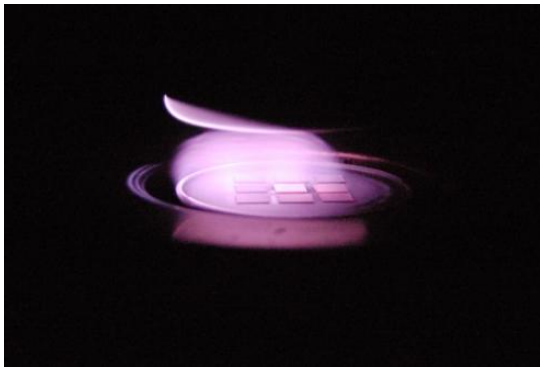


Рис. 3. Разряд с экспозицией 1/1000 с в среде водорода с 0,75% метана при давлении 75 мм рт. ст. и токе разряда 8,4 А с заземленным подложкодержателем диаметром 62 мм

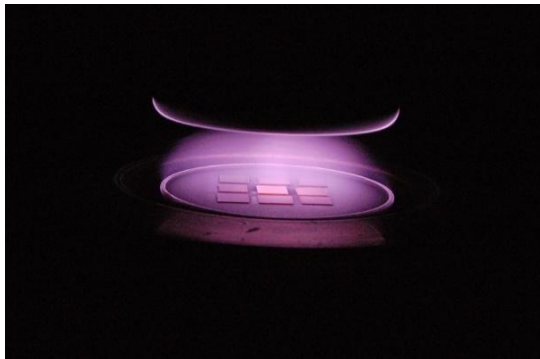
При меньших значениях тока разряд покрывал лишь часть подложкодержателя, вершина купола разряда была смещена от центра катода, а сам купол имел несимметричную форму.

Под действием магнитного поля такой куполообразный разряд вращался вокруг оси, проходившей через центр катода с частотой, меньшей 100 Гц. Это подтверждается фотографиями разряда, которые были сняты с экспозициями 1/1000 и 1/100 с (рис. 4).

Слегка искривленная форма купола разряда (см. рис. 3) связана с неидеальностью взаимной центровки подложкодержателя, катода и кольцевого магнита. Добиться большей равномерности разряда можно увеличением тока, однако для подложкодержателя диаметром 62 мм это ограничивалось, как было указано выше, возможностями высоковольтного источника питания разряда. Следует также отметить, что без наличия магнитного поля, в случае заземленных подложкодержателей размерами в 50...60 мм, невозможно было достигнуть однородного распределения температуры по всей поверхности подложкодержателей.



а



б

Рис. 4. Разряд в среде водорода с 0,75% метана при давлении 60 мм рт. ст. и токе разряда 5,2 А с заземленным подложкодержателем диаметром 62 мм при экспозициях: а – 1/1000 и б – 1/100 с

ВЫВОДЫ

Таким образом, в результате проведенных исследований было установлено влияние величины плавающего потенциала на подложкодержателях разных размеров на форму горения разряда при наличии магнитного поля.

Определены условия стабильного горения разряда в течение длительного времени (до 6 ч) в

условиях нулевого потенциала на подложкодержателе.

При варьировании тока разряда в интервале 4...8,5 А и диапазоне давлений 75...120 мм рт. ст. на образцах, расположенных на подложкодержателях, можно было достичь температур от 1100 до 1250 °С, что вполне достаточно для зарождения и синтеза качественных алмазных пленок.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Gyula Eres. Chemical Vapor Deposition Processing of Diamond Films // *Annual DOE Peer Review Meeting – 2008. DOE Power Electronics Research Program Washington, DC 30 September 2008.*

2. Michael Schwander, Knut Partes. A review of diamond synthesis by CVD processes // *Diamond & Related Materials*. 2011, v. 20, p. 1287-1301.

3. Alix Gicquel, Francois Silva, Catherine Rond, Nadira Derkaoui, Ovidiu Brinza, Jocelyn Achar, Guillaume Lombardi, Alexandre Tallaire, Armelle Michau, Maxime Wartel, and Khaled Hassoun. Ultrafast Deposition of Diamond by Plasma-Enhanced CVD // *Comprehensive Hard Materials*. 2014, v. 3, Elsevier Ltd., p. 217-268.

4. О.А. Опалев, В.К. Пашнев, И.К. Ковальчук, В.А. Белоус, З.И. Колупаева, В.Е. Стрельницкий. Синтез алмазных покрытий в тлеющем разряде, стабилизированном магнитным полем // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных поврежденных и радиационное материаловедение»* (78). 2000, №4, с. 158-164.

5. Ю.П. Райзер. *Физика газового разряда*. М.: «Наука», 1987, 592 с.

6. Р.А. Хмельницкий. Перспективы выращивания монокристаллического алмаза большого размера // *УФН*. 2015, т. 82, №2, с. 143-159.

Статья поступила в редакцию 02.11.2017 г.

ВИКОРИСТАННЯ ТЛЮЧОГО РОЗРЯДУ ПОСТІЙНОГО СТРУМУ ДЛЯ СИНТЕЗУ АЛМАЗНИХ ПОКРИТТІВ

В.І. Грицина, С.Ф. Дуднік, О.А. Опалев, В.Є. Стрельницький

Наведено результати досліджень щодо впливу величини плаваючого потенціалу на підкладкоутримачах різних розмірів на форму і стабільність горіння розряду постійного струму при наявності магнітного поля. Визначено умови стабільного горіння розряду в перебігу тривалого часу (до 6 год) при нульовому потенціалі на підкладкоутримачу. Показано, що в інтервалі струмів 4...8,5 А і діапазоні тисків 75...120 мм рт. ст. на зразках, розташованих на підкладкоутримачі, можна досягати температур від 1100 до 1250 °С, що цілком достатньо для зародження і синтезу якісних алмазних покриттів.

USING DC GLOW DISCHARGE FOR DIAMOND COATINGS SYNTHESIS

V.I. Gritsyna, S.F. Dudnik, O.A. Opalev, V.E. Strel'nitskij

The results of studies on the influence of the floating potential on substrateholder of various sizes on the shape and stability of the DC discharge burning in the presence of a magnetic field have been presented. The conditions for stable burning of the discharge for a long time (up to 6 hours) were determined at a zero potential on the substrate holder. It was shown that in the current range from 4 to 8.5 A and in the pressure range from 75 mm Hg up to 120 mm Hg on the samples located on the substrate holder it was possible to reach the temperatures from 1100 up to 1250 °C, which is quite sufficient for the nucleation and synthesis of high quality diamond coatings.