

УДК 538.9

**ГАЗОФАЗНЫЙ РОСТ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА В ПЛАЗМЕ АНОМАЛЬНОГО  
ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА**

А.С. Митулинский, А.В. Хоробрый

Научный руководитель: к.т.н. С.А. Линник

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: [alexander.mitulinsky@yandex.ru](mailto:alexander.mitulinsky@yandex.ru)

**GAS-PHASE GROWTH OF DIAMOND MONOCRYSTALS IN THE PLASMA OF AN  
ABNORMAL GLOW DISCHARGE**

A.S. Mitulinsky, A.V. Horobry

Scientific Supervisor: Ph.D. S.A. Linnik

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: [alexander.mitulinsky@yandex.ru](mailto:alexander.mitulinsky@yandex.ru)

***Abstract.** In this work the growth of monocrystalline diamond samples was studied. Chemical vapor deposition method with plasma of an abnormal glow discharge was used for performing the growth. Monocrystalline diamond was used as a substrate. As a result of the experiment monocrystalline diamond plates were observed with thickness higher than the original substrate thickness.*

**Введение.** Алмаз – это материал с выдающимися свойствами, что делает его подходящим для многих применений. Поскольку природный алмаз не может выступать достаточным источником материала, в технике, в основном, используются синтетические алмазы, которые производятся методом высокого давления и температуры (НРНТ). Алмазы, произведенные данным методом, имеют включения, такие как азот, бор, кобальт и никель [1]. Контроль точечных дефектов в кристаллах, произведённых с помощью НРНТ метода является сложным, поэтому все большее внимание уделяется методу низкого давления – плазменно-химическому осаждению из газовой фазы (PACVD) [2].

Успехи по синтезу монокристаллического алмаза с помощью различных методов, таких как СВЧ химическое газофазное осаждение (MPCVD), осаждение методом горячей нити (HFCVD), осаждение при электрической дуге (Arc-jet CVD) и осаждение при тлеющем разряде (Glow discharge CVD) позволили получить монокристаллический алмаз толщиной в несколько миллиметров [3]. Однако, требования к размерам, чистоте и качеству кристаллов становятся все более труднодостижимыми, что предопределяет важность развития методов синтеза монокристаллических алмазов.

Целью данного исследования является изучение газофазного роста монокристаллического алмаза в плазме аномального тлеющего разряда.

**Экспериментальная часть.** В качестве подложек применялись полированные монокристаллические алмазные пластины толщиной 300 микрон и ориентацией (100). Рост алмазных эпитаксиальных пленок осуществлялся в плазмохимическом CVD-реакторе на основе тлеющего разряда, подробно описанного в работе [4].

Переменное напряжение разряда с прямоугольными импульсами использовалось при проведении эксперимента. Осциллограмма источника питания разряда установки показана на рисунке 1а). Благодаря использованию переменного напряжения, эрозия электродов значительно ниже, чем при использовании метода химического газофазного осаждения при постоянном токе, что оказывает влияние на однородность состава пленки.

В методе PACVD алмазы синтезируются с использованием активированных, богатых водородом газовых смесей  $H_2/CH_4$  при неравновесных условиях, в которых графит является стабильной формой углерода. Метильные радикалы ( $CH_3$ ), образующиеся при диссоциации метана, являются основным источником углерода для роста алмазной поверхности. Водород также диссоциирует в плазме на атомарный водород, который выполняет ключевую роль в кинетической стабилизации алмазной фазы, а также в травлении неалмазных углеродных фаз [5].

Во время эксперимента температура подложки варьировалась в пределах 800-900 °С и контролировалась посредством инфракрасного тепловизора. Регулировка протока газа осуществлялась с помощью расходомеров Bronkhorst EI-Flow.

После нанесения толщина образцов повысилась с 300 микрон до 1 мм. Морфология и состав полученных образцов были изучены с помощью оптической микроскопии, сканирующей атомарно-силовой микроскопии и Рамановской спектроскопии.

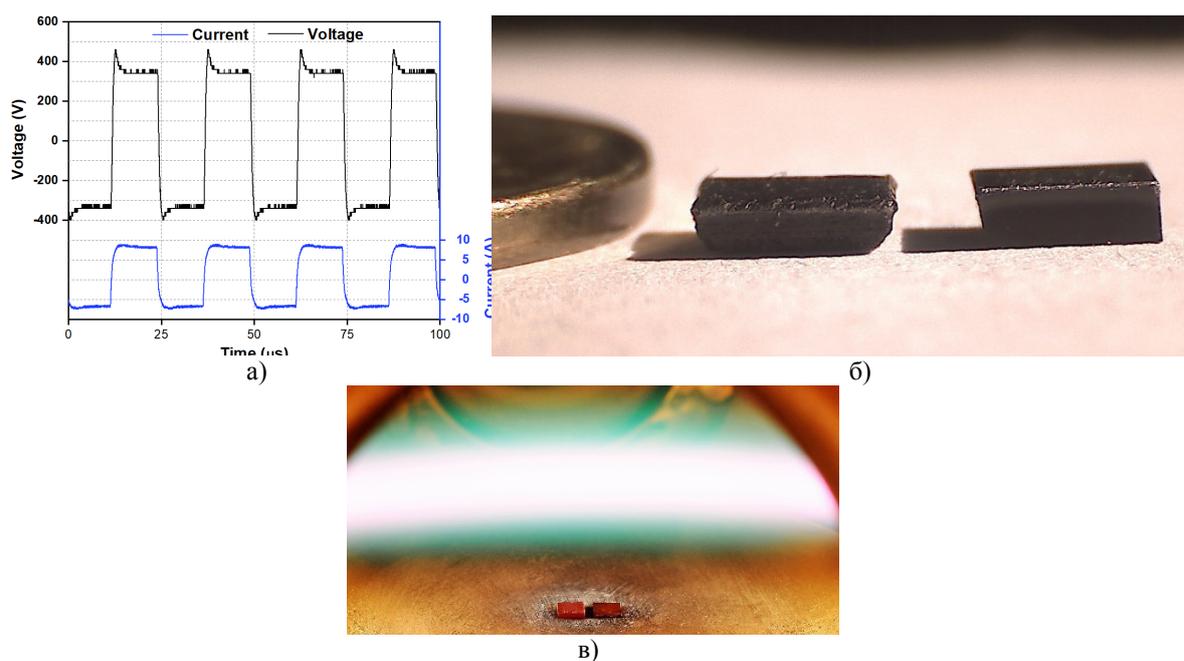


Рис. 1 – а) осциллограмма источника питания разряда; б) образцы с выращенной алмазной пленкой; в) изображение образцов в реакторе под действием плазмы

**Результаты.** Анализ снимков оптического микроскопа показал, что поверхность образцов является плоской и параллельной направлению подложки (100). Поверхность между слоями гладкая, без дефектов, что свидетельствует о качественном эпитаксиальном росте алмазных пленок в CVD реакторе.

Как следует из рисунка 2 а), пик на графике Рамановского спектра приходится на волновое число равное 1331, что соответствует монокристаллическому алмазу. Фоновые значения не вносят никаких искажений и график не имеет никаких других пиков, что свидетельствует об отсутствии каких-либо включений.

По результатам опытов был составлен экспериментальный график скорости роста монокристаллической алмазной пленки который представлен на рисунке 2б).

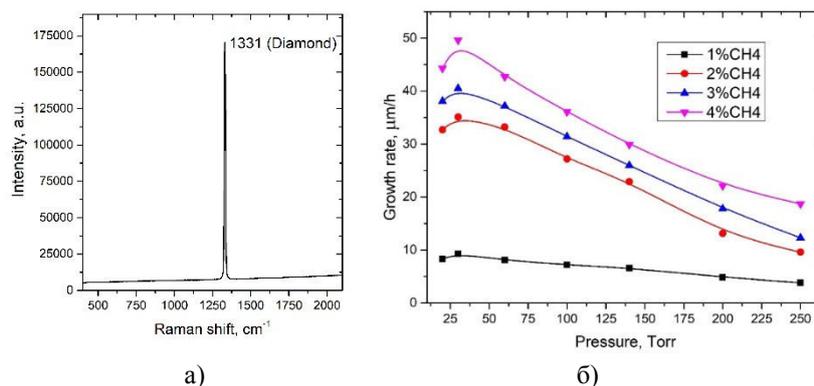


Рис. 2 – а) график Рамановского спектра; б) график скорости роста алмазной пленки

По графику наблюдается пик скорости напыления при давлении в 30 Торр. При изменении давления как в большую, так и в меньшую сторону скорость роста пленки снижается. Максимальная полученная скорость роста составляет 50 мкм/час.

**Заключение.** В ходе работы были выращены монокристаллические алмазные пленки методом газофазного химического осаждения. Данные морфологического и структурного анализа показали высокую степень качества осажденной пленки. Были построены зависимости скорости роста пленки в зависимости от давления синтеза и концентрации метана.

Исследование выполнено на базе Томского политехнического университета при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 19-72-10057).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Meng Y., Newville M., Sutton S., Rakovan J., Mao H.-K.. Fe and Ni impurities in synthetic diamond // Am. Mineral. – 2003. – Vol. 88, № 10. – P. 1555-1559.
2. Tallaire A., Achard J., Silva F., Brinza O., Gicquel A. Growth of large size diamond single crystals by plasma assisted chemical vapour deposition: Recent achievements and remaining challenges // Composites Rendus Physique. – 2013. – Vol. 14, №2. – P. 169-184.
3. Silvia F., Achard J., Bonnin X., Brinza O., Michau A., Secroun A., De Corte K., Felton S., Newton M., Gicquel A.. Single crystal CVD diamond growth strategy by the use of a 3D geometrical model: Growth on (113) oriented substrates // Diamond & Related Materials. – 2008. – Vol. 17, № 1. – P. 1067-1075.
4. Lyu J.-L., Wang S.-L., Wang B., Nishimura K., Jiang N. Synthesis of multiple single crystal diamonds by DC-GD-CVD // Surface Engineering. – 2019. – Vol. 35., № 1. – P. 91-95.
5. Linnik S.A., Gaydaychuk A.V. Processes and parameters of diamond films deposition in AC glow discharge // Diamond & Related Materials. 2013 Sutharsini U. et al. Effect of two-step sintering on the hydrothermal ageing resistance of tetragonal zirconia polycrystals // Ceram. Int. – 2017. – Vol. 43, № 10. – P. 43-47.