

УДК 341.1:621.921.34

А. В. Бурченя, В. В. Нагорний, С. О. Гуцу, В. А. Каленчук, В. В. Лисаковський, канд. техн. наук,
Т.О. Псярнецька, С.О. Івахненко, член-кор. НАН України

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

ДВОШАРОВА МОДЕЛЬ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНОГО ГРАДІЄНТУ

Розроблено ростову комірку апарату високого тиску, за допомогою якої можна вирощувати монокристали алмазу у двох ростових шарах. Розраховано оптимальні розміри нагрівальних елементів для забезпечення необхідного температурного градієнта.

Ключові слова: апарат високого тиску, алмаз, температурний градієнт, моделювання.

Методом температурного градієнта вирощують монокристали алмазу в області термодинамічної стабільності [1]. Цей метод передбачає використання алмазного джерела та затравок, на яких ростуть алмази; різниця температури між джерелом вуглецю та кристалами, що вирощуються, повинна становити 20 - 30 °С. Згідно з цим методом використовують один ростовий шар рідкого сплаву розчинника, в якому відбувається перенесення вуглецю і ростуть кристали; у результаті отримують зразки масою до 1 ст та більше [2].

В останні роки для вирощування структурно досконалих монокристалів алмазу широко використовують шестипуансонні апарати високого тиску з великим ростовим об'ємом [3]. Метод температурного градієнта для вирощування монокристалів алмазу в цих апаратах має значний недолік, який полягає в тому, що одношарові комірки унеможливають використання для вирощування весь реакційний об'єм. У зв'язку з цим перспективним видається розроблення таких моделей і методів вирощування, за яких можна використовувати два і більше ростових шарів.

З метою вирощування монокристалу алмазу методом температурного градієнта було розглянуто модель комірки (рис. 1) та розраховано розподіл температур між двома шарами сплаву розчинника. Результати моделювання перевіряли експериментально методом послідовних наближень, у результаті чого було розроблено схему вирощування монокристалів алмазу на трьох затравках у двох ростових шарах. Для розрахунків та експериментів використовували ростову комірку апарату високого тиску типу «тороїд» ТС 40 [2].

Для кожного ростового шару затравочні диски, на яких розміщувалась затравочна система, що складалася з трьох

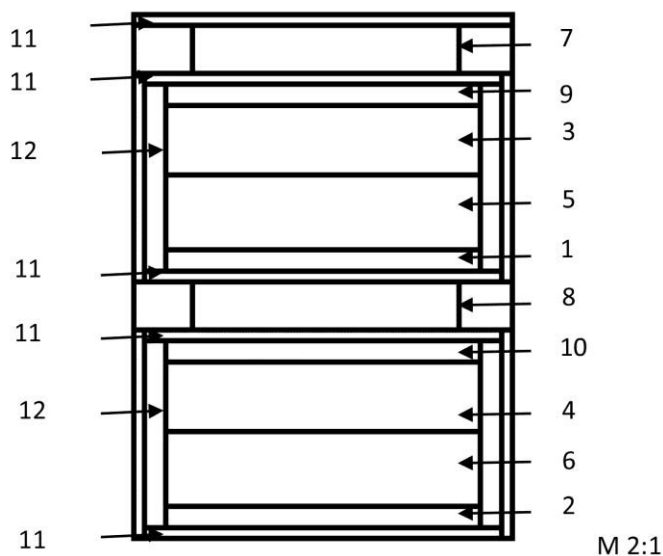


Рис. 1. Схема двошарової ростової комірки для апарату високого тиску типу «тороїд» ТС 40: 1, 2 – затравочна система з трьома затравочними кристалами верхнього та нижнього шарів, відповідно; 3, 4 – джерело вуглецю верхнього та нижнього шарів відповідно; 5, 6 – метал розчинник верхнього та нижнього шарів відповідно; 7, 8 – нагрівальні елементи; 9, 10 – теплоізолюючі диски; 11 – графітовий диск; 12 – трубчастий графітовий нагрівач

затравочних кристалів алмазу розміром $0,5 \times 0,5$ мм, розташовувались у зоні низької температури (1, 2). Джерело вуглецю (3, 4) розміщувалось у зоні з вищою температурою. Між затравочним диском та джерелом вуглецю розташовувався метал-розчинник (5, 6). Нагрівання відбувалось за рахунок використання двох кільцевих нагрівачів (7, 8). Над кожним з ростових шарів розміщувався теплоізолюючий диск (9, 10). Нагрівачі розташовувались над верхнім ростовим шаром та між двома ростовими шарами.

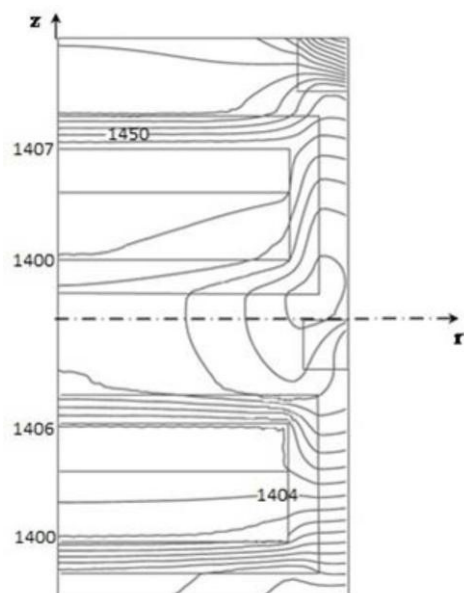


Рис. 2. Розподіл температурних полів у верхньому та нижньому шарах ростової комірки, розрахований методом кінцевих елементів

показано на рис. 3; монокристали алмазу було вилучено з ростових шарів розчиненням застиглому металу-розчинника в кислотах.

У результаті експериментів отримали зразки монокристалу алмазу типу Іа (табл.). Кристали мали кубооктаедричний габітус з домінуючим розвитком граней кубу (100).

Як виявили дослідження з використанням ІЧ-спектроскопії вміст азоту у кристалах становив 2-3 ppm. Середня швидкість росту кристалів не перевищувала 0,26 мг/год через незначний температурний градієнт у розчинниках (рис. 2). Середній температурний градієнт для верхнього шару розчинника становив 1,5 град/мм, для нижнього – 1,3 град/мм. Внаслідок незначної швидкості росту кристали мали доволі високу структурну

З метою визначення оптимальних розмірів нагрівальних елементів, які б створювали необхідну температуру у двох ростових шарах методом кінцевих елементів розраховали розподіл температурних полів у ростовому об'ємі [4]. Результати розрахунку показано на рис. 2.

Як було встановлено, у разі використання нагрівачів розробленої конструкції та необхідного складу забезпечуються потрібні температура та температурний градієнт (рис. 2) для вирощування монокристалів алмазу.

Експерименти з вирощування монокристалів алмазу у двох ростових шарах здійснювались за тиску 6,0–6,2 ГПа та температури 1300 – 1400 °С. Як метал-розчинник використовували сплав на основі Fe–Al, який одержували шляхом переплавлення компонентів та подальшого їх механічного оброблення до необхідного розміру.

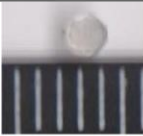





Тривалість вирощування становила 96 год. Загальний вигляд ростових шарів після вирощування



Рис. 3. Загальний вигляд ростових шарів після вирощування та розбирання комірки

кристали мали доволі високу структурну

Характеристики монокристалів алмазу, одержаних у двох ростових шарах

Номер шару	Номер кристалу	Зовнішній вигляд	Маса, ct	Розмір, мм
I	1		0,055	2,30
	2		0,04	2,20
	3		0,07	2,65
II	1		0,06	2,40
	2		0,055	2,35
	3		0,05	2,20

Висновки

1. Використання двошарової моделі вирощування монокристалів алмазу на затравці в ростовій комірці апарату високого тиску типу «тороїд» ТС 40 можливе завдяки використанню нагрівачів з розрахованою конфігурацією та необхідного складу, що забезпечують потрібні для створення температурних градієнтів електричний опір та розподіл температури в ростовому середовищі.

2. Кристали, які вирощують з використанням двошарової комірки, структурно досконалі, що уможливує в разі подальшого використання системи нагрівання ростової комірки збільшення градієнта температури та швидкості росту в 3 – 4 рази.

3. Розроблену двошарову ростову комірку для вирощування монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності можна використовувати як прототип для застосування при роботі з шестипуансонним апаратом високого тиску та значно збільшити реакційний об'єм.

Разработана ростовая ячейка аппарата высокого давления, позволяющая выращивать монокристаллы алмаза в двух ростовых слоях. Рассчитаны оптимальные размеры нагревательных элементов для обеспечения необходимого температурного градиента

Ключевые слова: *апарат високого тиску, алмаз, температурний градієнт, моделювання.*

Life-sized cell high-pressure apparatus which makes it possible to grow a single crystal diamond growth in two layers was developed. The optimal size of the heating elements to provide a set of values of temperature gradient were calculated.

Key words: *high-pressure, diamond, temperature gradient, modeling.*

Література

1. Новіков М. В. Вирощування та термобарична обробка монокристалів алмазу при надвисоких тисках з контрольованим домішковим складом / М. В. Новіков, С. А. Ивахненко // Фізико-технічні проблеми сучасного матеріалознавства : В 2 т. Т. 2, ред. кол. И.К. Походня (предис.) и др.- К. : Академперіодика, 2013. – С. 33–53.
2. Strong H. M. The Growth of large diamond crystals / Strong H. M. Wentorf R. H. // Die naturwissenschaften. – 1979. – V. 59. – №1. P. 1–7.
3. Ивахненко С.А. Выращивание крупных монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности: в 2 т. – т. 1 «Синтез алмаза и подобных материалов» // Сверхтвердые материалы. Получение и применение. – под общ. ред. акад. НАН Украины Н. В. Новикова. С. А. Ивахненко, Н. В. Новиков – К. : ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2003. – С. 179–199.
4. Ивахненко С.А. Компьютерное моделирование распределения температурных и концентрационных полей при выращивании монокристаллов алмаза различного габитуса / С. А. Ивахненко, А. А. Будяк, С. Н. Шевчук // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения : сб. науч. тр. – К. : ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины. – 2004. – Вып. 7. – С. 140–144.

Надійшла 13.06.15

УДК 620.3

**М.А. Цысарь; А.П. Чепугов, канд. тех. наук; С.А. Ивахненко, член-корр. НАН Украины;
А.А. Лещук, д-р техн. наук**

Институт сверхтвердых материалов им В.Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев

ЗОНДЫ С АЛМАЗНЫМ ОСТРИЕМ ДЛЯ СКАНИРУЮЩЕЙ ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ

Рассмотрены зонды на базе остриев из монокристалла алмаза, легированного бором, а также этапы отбора и подготовки пригодных для изготовления зондов алмазных образцов. Оценена работоспособность полученных зондов при сканировании образцов, поверхность которых обладает развитой топографией.

Ключевые слова: *сканирующая туннельная микроскопия, алмаз типа IIb, зонд СТМ, алмазное острие.*

Исторически первым в семействе зондовых микроскопов появился сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) [1].

Принцип работы СТМ основан на явлении туннелирования электронов через узкий потенциальный барьер между острием зонда и поверхностью образца с достаточным уровнем проводимости, стимулируемым внешним электрическим полем [2]. Высокое пространственное разрешение СТМ определяется экспоненциальной зависимостью туннельного тока от расстояния до поверхности; разрешение в направлении по нормали к поверхности достигает долей ангстрема. Принципиальным ограничением для СТМ является требование наличия туннельнопрозрачного барьера для носителей тока в системе “проводящая подложка – проводящая игла” в качестве зонда.