

## УСТАНОВКА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ

А.Ф. Корж, Ю.Ф. Лонин, Ю.О. Пилипец, Н.А. Хованский,  
В.И. Шерemet, Б.М. Широков

Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт" (Харьков)  
Украина

Поступила в редакцию 06.06.2007

Разработана установка для газофазного осаждения материалов. Выполнена оценка газодинамических параметров потока парогазовой смеси в реакционном объеме при обтекании покрываемой поверхности. Исследованы процессы осаждения вольфрама и карбида бора.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из прогрессивных направлений в современном материаловедении является освоение и развитие газофазных методов осаждения материалов. Они дают возможность получать материалы высокой чистоты, управлять составом и структурой конденсатов в процессах осаждения, наносить равномерные покрытия на детали сложной формы. Область применения их необычайно широка, от нанесения пленок толщиной несколько микрон для радиоэлектроники до изготовления деталей машиностроения.

В металлургии тугоплавких металлов чаще всего используют метод водородного восстановления галогенидов металлов [1, 2], поскольку их восстановление осуществляется при относительно низких температурах ( $0,2 \div 0,5 T_{\text{плавл.}}$ ) с достаточно высокими скоростями процесса осаждения. Осаждаемые конденсаты характеризуются высокой, близкой к теоретической плотностью, низким содержанием примесей, в процессах осаждения могут быть получены сплавы металлов и различные тугоплавкие соединения в виде боридов, нитридов, карбидов, силицидов, оксидов. Это дает возможность наносить защитные, разделительные, коррозионно-стойкие, износостойкие покрытия, а также получать детали, требующие минимальной последующей механической доработки.

### РАЗРАБОТКА УСТАНОВКИ

В настоящей работе выполнены исследования по разработке установки для водородного восстановления галогенидов. Схема установки приведена на рис. 1.

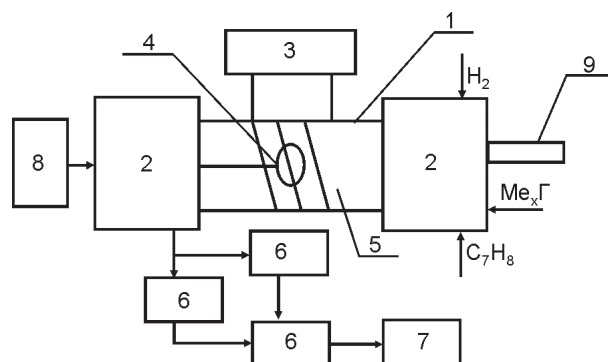


Рис. 1. Схема установки газофазного осаждения. 1 – реакционная камера, 2 – форкамеры, 3 – генератор, 4 – подложка, 5 – индуктор, 6 – азотные ловушки, 7 – форнасос, 8 – узел вращения подложки, 9 – смотровое окно.

Установка представляет собой аппарат проточного типа с горизонтальным расположением реактора. Принцип ее действия состоит в следующем: через реакционную камеру пропускается поток реагентов, которые вступают в химическую реакцию на поверхности разогретой подложки, размещенной внутри реакционной камеры. Твердофазные продукты реакции образуют растущий слой конденсата на поверхности подложки, а газообразные удаляются из камеры и нейтрализуются.

Реакционная камера является основным узлом установки. Конструктивно она выполнена из трубы кварцевого стекла или окиси алюминия с наружным диаметром 150 мм и длиной 600 мм. Труба закреплена в горизонтальном положении в форкамерах из нержавеющей стали. Герметичность стыков обеспечивается набором уплотнений из фторопласта и вакуумной резины. Внутри трубы коаксиально установлена медная

щелевая водоохлаждаемая камера для защиты керамической трубы от перегрева. Левая форкамера закрывается загрузочным фланцем, в центр которого через вакуумное уплотнение проходит шток из нержавеющей стали диаметром 12 мм. Конец штока, обращенный внутрь камеры, снабжен устройством для крепления подложки. Внутри штока имеется сквозной канал диаметром 3 мм для размещения микротермопары, спай которой прикреплен к подложке, а свободные концы выведены на скользящие контакты, расположенные на внешнем краю штока. На этом же конце штока имеется муфта для подсоединения электропривода вращения подложки. Фланец правой форкамеры снабжен смотровым окном для визуального наблюдения за ходом процесса кристаллизации.

Нагрев подложки осуществляется индукционным способом от высокочастотного генератора типа ВЧГ 1-25/0.44 через навитый вокруг камеры семи витковый индуктор из медной трубки диаметром 10 мм. Медная щелевая водоохлаждаемая камера конструктивно выполнена так, что обеспечивает прохождение электромагнитного поля внутрь реакционной камеры для нагрева подложки. В тоже время излучение от разогретой подложки не попадает через щели на керамическую трубу. Равномерность температурного поля достигается размещением подложки в центральной зоне индуктора. Контроль температуры подложки производится по показаниям термопары сигнал которой выводятся через скользящие контакты на регистрирующий прибор. Индуктор, высокочастотный генератор, медная щелевая камера охлаждается в процессе работы проточной водой.

Установка обеспечена системой выморачивания продуктов реакции и непрореагировавших галогенидов, состоящей из трех азотных ловушек соединенных параллельно-последовательно и отсекаемых друг от друга, от реакционной камеры и форнасоса сильфонными клапонами с запорными медными тарелками. Для откачки установки на вакуум используется форвакуумный насос НВР-5Д.

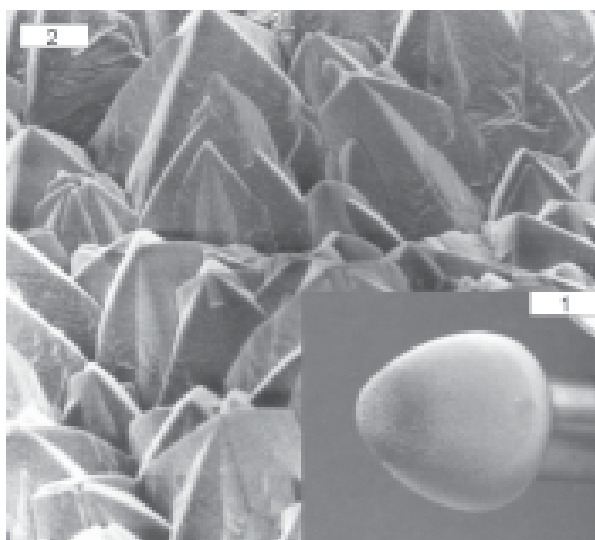
В диапазоне давлений  $10^{-1} - 10^{-2}$  торр. в реакционной камере на парогазовой смеси возбуждается высокочастотный разряд и установка может использоваться как плазмохимическая.

Геометрия реакционной камеры и откачивающая система, как показывают расчеты газодинамических параметров обтекающего подложку парогазового потока, обеспечивают вязкостный характер его течения, ламинарность и отсутствие конвективных токов. Так, при давлении в камере  $\sim 10$  мм. рт. ст. и суммарном расходе газовой смеси до 90 л/час (условия, близкие к оптимальным для осаждения вольфрама, и карбида бора) для подложки диаметром не более 75 мм число Кнудсена составляет  $\sim 10^{-3} \div 10^{-4}$ , т.е. условие вязкостного характера течения потока ( $K_n < 1$ ) заведомо выполняется. Числа Рейнольдса и Грасгофа при этом равны примерно  $1 \div 3$  и  $10^{-2}$  соответственно, т.е. также выполняются условия ламинарности потока ( $N_{Re} < 1000$ ) и отсутствия конвективных токов ( $10^{-2} \sqrt{N_{Gr}} < N_{Re} < 10^2 \sqrt{N_{Gr}}$ ) [3]. Такой поток обеспечивает равномерность доставки реагентов к растущей поверхности и практически одинаковую скорость роста слоя во всех точках подложки, т.е. позволяет наносить покрытия с минимальной разнотолщинностью на подложках сложной формы.

На установке проведены исследования по осаждению вольфрама водородным восстановлением его гексафторида и карбида бора водородным восстановлением треххлористого бора в парах толуола. Осаждение осуществлялось в диапазоне параметров, когда скорость осаждения лимитировалась доставкой исходных реагентов к растущей поверхности. Экспериментальные исследования показали, что на подложках сложной формы при нанесении покрытия толщиной 200 – 300 мкм величина слоя в разных точках подложки отличалась не более чем на  $\pm 5$  мкм.

На рис. 2 приведена морфология роста вольфрамового покрытия, используемого в качестве рабочей поверхности катода в сильноточных импульсных ускорителях. Гра-

фитовые катоды с таким покрытием выдерживают более 5000 включений при напряжении 1 МэВ и токе 50 кА.

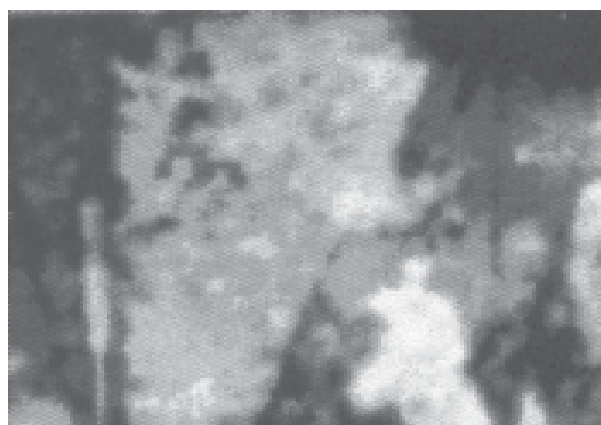


×5000

Рис. 2. 1 – Катод для высокопоточных импульсных ускорителей и морфология поверхности роста вольфрама на 2 – катоде.

На рис. 3 приведена микроструктура карбида бора. Анализ исследований по осаждению карбида бора позволил оптимизировать процесс осаждения при котором реализуется состав, близкий к стехиометрическому ( $C = 21,6\%$ ;  $B = 78,4\%$ ).

Покрyтия из карбида бора используются в качестве полупроводникового материала в



×300

Рис. 3. Микроструктура карбида бора.

термоэлектрических преобразователях, а также в виде покрытия для защиты элементов установок термоядерного синтеза.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Красовский А.И. и др. Фторидный процесс получения вольфрама. – М.: Наука, 1986. – 256 с.
2. Королев Ю.М., В.И. Восстановление фторидов тугоплавких металлов водородом. – М.: Металлургия, 1981. – 270 с.
3. Широков Б.М., Хованский Н.А. Выбор оптимальных газодинамических параметров парогазового потока в процессах газозафазного осаждения покрытий//ВАНТ.– 1998. – № 4(5), 5(6).– С. 82-84

#### УСТАНОВКА ДЛЯ ОСАЖДЕННЯ МАТЕРІАЛІВ ІЗ ГАЗОВОЇ ФАЗИ О.Ф. Корж, Ю.Ф. Лонін, Ю.О. Пилипец, М.А. Хованський, В.І. Шеремет, Б.М. Широков

Розроблена установка для газо фазного осадження матеріалів. Виконано оцінку газодинамічних параметрів потоку пара газової суміші в реакційному об'ємі при обтіканні покриваючої поверхні. Дослідженні процеси осадження вольфраму та карбїду бора.

#### INSTALLATION FOR GAS-PHASE DEPOSITION OF MATERIALS

A.F. Korsh, Yu.F. Lonin, Yu.O. Pilipets, N.A. Khovansky, V.I. Sheremet, B.M. Shirokov  
The installation for gas-phase deposition of materials is developed. Gas- dynamic parameters of a vapor-gas mixture flow in the reaction volume by flow-around of the surface being coated are evaluated. The processes of tungsten and boron carbide deposition are investigated.