

# БЕЙСЫЗЫҚ ЖҮЙЕЛЕРДЕГІ ХАОС ЖӘНЕ ҚҰРЫЛЫМДАР. ТЕОРИЯ ЖӘНЕ ТӘЖІРИБЕ

*Академик Е.А.Букетовтың 90 жылдығына арналған  
9-ші Халықаралық ғылыми конференцияның*

## МАТЕРИАЛДАРЫ

18-20 маусым

---

### ХАОС И СТРУКТУРЫ В НЕЛИНЕЙНЫХ СИСТЕМАХ. ТЕОРИЯ И ЭКСПЕРИМЕНТ

#### МАТЕРИАЛЫ

*9-й Межд. народн. научн. конференция,  
посвященной 90-летию академика Е.А. Букетова*

18-20 июня

---

### CHAOS AND STRUCTURES IN NONLINEAR SYSTEMS. THEORY AND EXPERIMENT

#### MATERIALS

*of the 9<sup>th</sup> International scientific conference  
devoted to the 90<sup>th</sup> anniversary of academician Ye. A. Buketov*

June, 18-20



## Литература

1. В.К. Смоляков, О.В. Лашини. Микроскопическая кинетика междолинчатого синтеза. Томск: изд-во СО АН СССР, 1981, 192 с.
2. В.К. Смоляков, О.В. Лашини. Углерод в междолинчатых (стереоцентрах) слоистых структурах горючих и негорючих. 2011, т. 47, №3, с. 74 – 83.
3. М. А. Керманли, Е. Г. Ахмадуов, Г. Г. Дюсепин, О. Б. Винокурова. Углерод в термостойких композициях высокотемпературной смеси в механически активированных смесях  $\text{SiO}_2$  – А) Физика горения и взрыва, 2014, т. 50, №6, с. 21 – 27.
4. Г. И. Кашшадулов, Н. Н. Мофа, О. В. Чернышов, О. А. Тюменцева. Горение окислительных систем на основе углерода, модифицированного органическими соединениями при механохимической обработке: Физика горения и взрыва, 2014, т. 38, №1, с. 61 – 67.
5. Т. А. Кетенов, О.А. Тюменцева, О. С. Назраева, Ф. Х. Урамов. Особенности горения механически активированных систем  $\text{SiO}_2$  – Al. Химия в интересах устойчивого развития, 2005, т. 13, с. 217 – 223.
6. Т. А. Кетенов. Матрикинетиические параметры горения механоактивированной системы  $\text{SiO}_2$  – Al. Горение и плазмосинтез, 2004, т. 2, №1, с. 73 – 80.
7. Физические величины: справочник. А. П. Бабичев, Н. А. Бабушкин, А. М. Братиславский и др., под ред. С. Г. Григорьева, Е. З. Мейлихова. – М.: Энергиздат, 1991 – 1232 с.
8. Смит К. Дж. Металлы. Справочник. М.: Металлургия, 1980. – 446 с.
9. У. Д. Везини, В. П. Машуров, Н. Г. Рабига, В. И. Тарасов, Б. Я. Рогожин, И. В. Коробов. Термодинамические свойства междолинчатых веществ. Справочник. Под общей ред. д-ра геол. наук, А. П. Везини. М.: Атомиздат, 1965 – 450 с.

DOI: 10.1016/j.procs.2015.09.002

## ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА СТРУКТУРУ ПЛЕНОК А-С:Н

С. Л. Михайлова<sup>1</sup>, О. Ю. Приходько, Н. К. Мамбаев, Е. С. Мухаметьяринов, С. Я. Максимов,  
К. Даутхан

Карагандинский Национальный Университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан

kaxmetik91@mail.ru

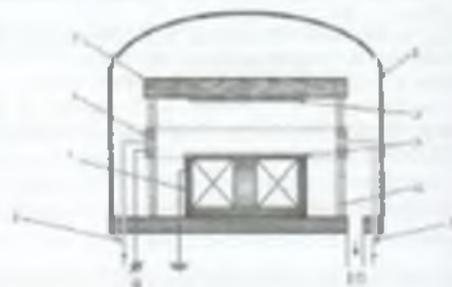
1. Введение. Одним из перспективных направлений получения наноматериалов с новыми свойствами является использование алмазоподобных углеродных сред. Углерод является уникальным веществом из-за его способности образовывать связи с разными электронными конфигурациями:  $sp$ ,  $sp^2$  и  $sp^3$ , и на его основе реализуется ряд кристаллических и некристаллических твердых тел с разнообразными свойствами – от алмаза до полимерного углерода и графита. В современном материаловедении особый интерес исследователей вызывают пленки аморфного алмазоподобного углерода (a-C:H). Это обусловлено рядом уникальных механических и электронных свойств этих пленок. Помимо высокой механической прочности и жесткости электронные приборы, изготовленные на основе этих материалов, обладают высоким быстродействием и мощностью, и способны работать в широком температурном интервале и характеризуются высокой радиационной стойкостью [1-5].

Существенно, что пленки a-C:H являются наноструктурированными материалами с эффектом размерного квантования. В настоящее время установлено, что в качестве наноразмерных объектов в a-C:H выступают графитоподобные нанокластеры размером от 0,1 до 2 нм с  $sp^2$ -конфигурирующей валентных связей, встроенные в алмазоподобную матрицу с  $sp^3$ -конфигурирующей связей. Графитоподобные нанокластеры рассматривают как вторую фазу в алмазоподобной матрице и считают ответственным за эффекты размерного квантования, наблюдаемые в этих объектах. Соотношение между графитом и алмазоподобными компонентами матрицы определяет физико-химические свойства пленки a-C:H и, в частности, их электропроводность и оптические свойства [3-5]. Известно, что структура алмазоподобных пленок существенно зависит от технологических параметров их получения, к которым относится температура подложки, состав рабочего газа, давление, ускоряющее напряжение и т.д. В данной работе было проведено исследование влияния параметров процесса и состава рабочего газа на структуру пленочных образцов a-C:H.

## 2. Технология получения пленок аморфного или нанокристаллического углерода a-C:H.

Процесс распыления является процессом, при котором атомы покидают поверхность мишени в результате ее бомбардировки ионами достаточно высоких энергий. Кроме того, механизм этого определения, распыление может рассматриваться как процесс травления и последующего осаждения поверхности и ее профилирования. Поскольку при распылении происходит удаление и транспортировка материала мишени, этот метод используется также в качестве метода изготовления тонких пленок. В настоящее время этот метод становится преобладающим при получении пленок различных материалов. Пленки аморфного или нанокристаллического углерода можно получать в вакууме различными газами: Ar, Ar + H<sub>2</sub>, Ar+C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, Ar+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> и т.д. Из всего многообразия углеродосодержащих газов и литература отдает предпочтение метану.

На рисунке 1 приведена схема магнетронной распылительной системы на постоянном токе, встроенная в вакуумную камеру вакуумной установки ВУИ-4. В условиях осуществления предварительное откачивание вакуумной камеры форвакуумным и диффузионным насосами к давлению  $\sim 5 \cdot 10^{-1}$  Па, затем камера наполняется рабочим газом Ar+C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>.



1 – камера для распыления, 2 – держатель подложки, 3 – подложка, 4 – анод, 5 – мишень (катод); 6 – тefлоновый держатель для анода; 7 – магнит; 8 – вход для пистолета; 9 – источник постоянного тока; 10 – линия откачки

Рисунок 1 – Схема магнетронной распылительной системы на постоянном токе

Мишень монтировалась на постоянном магните и состояла из перекристаллизованного поликристаллического графита толщиной 2 мм и диаметром 10 см. Для получения пленки использовался графит чистотой 99,99 %. Анод был изготовлен из нержавеющей стали, имел цилиндрическую форму и был подключен к источнику постоянного напряжения. Диаметр подложки изготавливалась также из нержавеющей стали и закреплялась. Конструкция держателя подложки позволяла поддерживать и изменять температуру подложки в интервале от 30 до 200°C.

Средний размер используемых подложек составлял 1 × 1,5 см. Подготовка подложки к распылению осуществлялась следующим образом:

### 1) Стеклоцидные подложки:

- Очистка при температуре 200°C в течение часа

- Ультразвуковая очистка в растворе K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> · H<sub>2</sub>O · HNO<sub>3</sub> при температуре 20°C (комбинированно) течение 15 минут.

- Промывка в дистиллированной воде

### 2) Кремневые подложки

- Ультразвуковая очистка в растворе K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> · H<sub>2</sub>O · HNO<sub>3</sub> при температуре 20°C (комбинированно) течение 15 минут.

- Промывка в дистиллированной воде

- Травление оксидного слоя в растворе HF в течение 30 секунд

- Промывка в дистиллированной воде

- Распыление осуществлялось при постоянном положительном напряжении на аноде.

Температура подложки контролировалась медь-константиневой термометрической парой, держатель подложки. Свойства получаемых пленок a-C:H задавались составом рабочего газа, мощностью распылителя  $I$ , приложенным напряжением  $U$ , расстоянием от мишени до подложки - в зависимости от

подложки. В процессе эксперимента напряжение, подаваемое на электрод, поддерживалось около 500 В, ток распыления составлял около 16 мА, давление рабочего газа  $\sim 1$  Па, а температура подложки варьировалась от 50 до 200 °С.

Проведенные исследования показали, что значения толщины пленок с хорошей точностью можно определять при помощи электронного сканирующего микроскопа (применялся СЭМ Quanta 3D 2001) при сканировании скола структуры, состоящей из кристаллического кремния (с-Si) и пленки а-C:H. На рисунке 3 приведен скан структуры (с-Si) - пленка а-C:H толщиной 107,7 нм, полученной при температуре 75 °С при концентрации метана 4%.



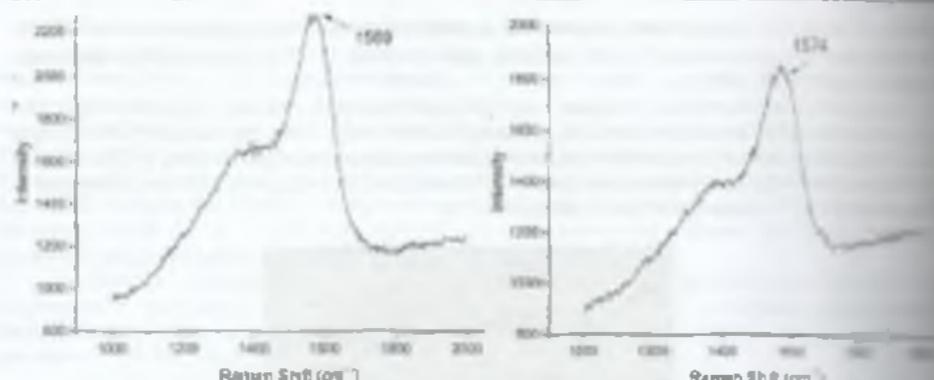
Рисунок 3 – Микрофотография скола структуры пленка а-C:H полученной на подложке из кристаллического кремния

3. Структура пленок а-C:H. Пленки аморфного углерода являются двухфазными и о структуре полученных пленок судят по соотношению  $sp^2/sp^3$  фаз. Пленки содержат более 70%  $sp^3$  и образуются в основном из пылеват алмазоподобными [4].

Информация о структуре пленок а-C:H можно получить из анализа спектров комбинационного рассеяния света (КРС) и ИК-спектроскопии. Обычно процентное содержание  $sp^2$  фаз смотрят по ИК спектрам, однако в работе [5] был предложен метод, где с помощью спектров комбинационного рассеяния (КР) по положению пика  $G$  так же можно судить о структуре пленок. [6] В спектрах комбинационного рассеяния пленок аморфного углерода наблюдаются две полосы колебательных мод. Первая мода находится в области  $1350\text{ см}^{-1}$  (пик  $D$ ) и отобразилась в беспримесной  $A_{1g}$ . Вторая мода лежит в области  $1550\text{ см}^{-1}$  (пик  $G$ ) и отражает моду  $E_{2g}$  идеального кристалла графита [4]. Положение пика  $G$  около  $1555 \pm 3$  см соответствует алмазоподобной структуре пленок а-C:H, смещение пика в сторону увеличения этих значений соответствует увеличению в структуре пленок доли  $sp^2$  гибридации и полимерной структуре. [2]

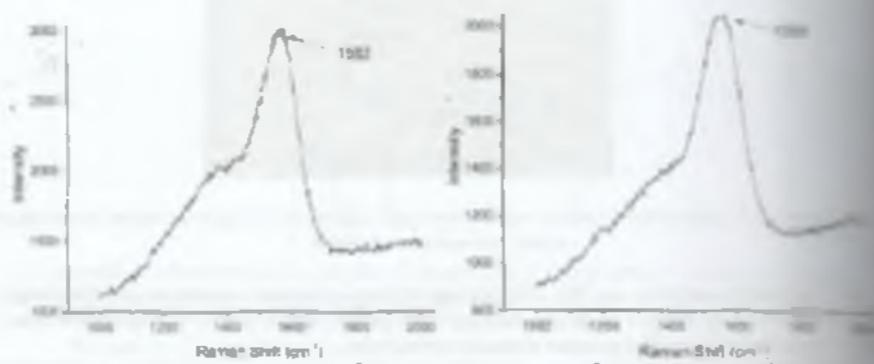
Спектры КРС регистрировались на установке NicoletSpectra. Возбуждение колебательных мод осуществлялось лазером с длиной волны  $\lambda=473$  нм, экспозиция составляла около 30с, погрешность  $\pm 2\text{ см}^{-1}$ . На рисунке 4 а, б приведены спектры КРС пленок а-C:H, осажденных на стеклянные подложки, полученных в атмосфере смеси газов  $Ar/C_2H_2$ , при разных концентрациях метана в температуре подложки 200 °С.

При увеличении процентного содержания метана в смеси газов от 4 до 8 % и сохранении остальных параметров получения пленок, положение пика  $G$  меняется от  $1569$  до  $1574\text{ см}^{-1}$ , что свидетельствует о полимерной структуре пленок. На рисунке 5 а, б при изменении температуры от 200 °С до 75 °С у пленок а-C:H, полученных при доле  $C_2H_2$ , равной 4%, положение пика  $G$  изменяется от  $1562$  до  $1556\text{ см}^{-1}$ , т.е. структура пленок а-C:H изменяется от полимерной в алмазоподобной.



а) концентрация металла в рабочем газе 4% б) концентрация металла в рабочем газе 10%

Рисунок 4 – Спектры КРС пленок a-C:H.



а) температурой 200°C б) температурой 75°C

Рисунок 5 – Спектры КРС пленок a-C:H при концентрации металла 4%

**Выводы.** Таким образом было установлено, что оптимальными параметрами технологического процесса получения аморфных алмазоподобных пленок a-C:H являются: состав рабочего газа: 96% Ar + 4% C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, напряжение на диоде 500±10 В, ток разряда 16 мА, расстояние между электродом и подложкой 3,5 см, давление рабочего газа - 1 Па, температура осаждения 100±5 °С. Такие параметры процесса разряда обеспечивали стабильный высоко-плазменный режим и хорошее качество пленок алмазоподобного углерода.

### Литература

1. Green D.C., Makinzie D.R., Lukins P.W. The microstructure of carbon thin films // Material science forum. 1989. - Vol. 52-53. - P. 103-124.
2. Robertson J. Electronic structure and banding of a-C:H // Material science forum. - 1989. - Vol. 52-53. - P. 125-150.
3. Мохаммадзахан Ш М, Кришна К.М., Сога Т., Янбо Т., Уэноа М. Raman spectra of ion beam sputtered amorphous carbon // Carbon. -2000. -Vol. 38. -P. 127-131.
4. J. Robertson, Surf Coat Technol 30 (1992) 185.
5. Ferrari A.C., Robertson J. Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. Phys Rev B. - 2000. - Vol. 61, № 20. - P. 14095 - 14107.
6. Ferrari A.C., Kilmorse B., Adamopoulos G., Robertson J., Milne W.J., Stojan V., Brown L.M., Linnell J., Langer H.K. Determination of banding in amorphous carbons by electron energy loss spectroscopy, Raman scattering and X-Ray reflectivity // J. Non-Cryst Solids. 2000. Vol. 266-269. P. 765-768