



УДК 53.084.2, 620.1.08, 620.181.4

## СИНТЕЗ АЛМАЗОПОДОБНЫХ ПЛЕНОК ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ СКОРОСТИ ПОТОКА ГАЗА

## SYNTHESIS OF DIAMOND-LIKE FILMS FOR THE MEASUREMENT OF GAS FLOW VELOCITY

**М.А. Величко, Ю.П. Гладких**  
**M.A. Velichko, Yu.P. Gladkikh**

*Белгородский национальный исследовательский университет, Россия, 308015, г. Белгород, ул. Победы, 85*

*Belgorod National Research University, 85 Pobedy St, Belgorod, 308015, Russia*

*E-mail: velichko@bsu.edu.ru, gladkikh@bsu.edu.ru*

*Аннотация.* Рассмотрен метод синтеза алмазоподобных пленок (АПП) путем химического осаждения углерода, получаемого в плазматроне при разложении кремнийорганического масла. Кремний-углеродные пленки легируются атомами различных металлов для получения резисторов, обладающих высокой теплопроводностью, механической прочностью, радиационной стойкостью, устойчивостью к высоким плотностям тока. Эти резисторы можно использовать для создания газовых и жидкостных термоанемометров.

*Resume.* The method of diamond-like films (DLF) synthesis by chemical deposition of carbon produced in the plasma torch when silicone oil is decomposed is considered in this article. Silicon-carbon films are doped with various metal atoms to create resistors having a high thermal conductivity, mechanical strength and radiation resistance, resistance to high current densities. These resistors can be used to create gas and liquid thermal anemometers.

*Ключевые слова:* алмазоподобные пленки (АПП), нанокompозиты, температурный коэффициент сопротивления, термоанемометр, плазматрон, химическое осаждение.

*Key words:* diamond-like films (DLF), nanocomposites, temperature coefficient of resistance, the thermal anemometer, plasma torch, chemical precipitation.

### Введение

В статье [1] была показана схема работы времяпролетного теплоточного расходомера газа. В датчиках расхода используются резисторы, изготовленные на основе алмазоподобных пленок (АПП). В процессе эксплуатации датчиков они неоднократно сильно нагреваются короткими токовыми импульсами и быстро остывают, передавая тепловой импульс по направлению потока газа. В данной статье рассмотрен способ синтеза таких АПП и их свойства.

Проблема получения качественных резисторов состоит в достижении сочетания высокой надежности, линейности, высокой стабильности, низкого значения температурного коэффициента сопротивления (ТКС), высокой коррозионной стойкости. Технологический процесс получения такого рода элементов должен быть достаточно производителен и относительно дешев. Известно, что резистивные материалы, используемые в настоящее время, не имеют комплекса вышеперечисленных свойств, а их технология строится в основном на применении электропроводящих пленок и паст, имеющих высокую зернистость структуры, а значит, и высокую степень износа, то есть низкую надежность. Используемые в данной работе резисторы создаются на основе углеродных пленок, имеющих структуру алмаза. Это позволяет называть их алмазоподобными пленками. К основным функциональным достоинствам АПП и резисторов на их основе относятся термостойкость, высокая стабильность, стойкость к сверхвысокой плотности тока, отсутствие реактивного сопротивления. Введение в АПП легирующей примеси позволяет получить промежуточные свойства материала от металла до диэлектрика.

## Синтез АПП

Исходная углеродная пленка – диэлектрик. Для практического применения ее в качестве пассивного элемента необходимо иметь возможность изменять ее удельное поверхностное сопротивление. Это достигается легированием углеродной пленки различными металлами. Наиболее рационально совмещать легирование с процессом синтеза АПП, основными методами которого являются термическое испарение, ВЧ-распыление, магнетронное распыление, химическое парофазное осаждение.

В данной работе АПП создавались путем совмещения синтеза пленки при химическом осаждении углерода, получаемого в плазмотроне при разложении кремнийорганического масла, с легированием ее атомами различных металлов, поток которых получали распылением мишени магнетронным методом.

Реагент (жидкий углеводород) через натекатель и диспергатор поступает в вакуумную камеру, где, за счёт низкого давления, превращается в пар (рис. 1). Вместе с термокатодом эта зона представляет собой плазмотрон. Термокатод создаёт частично ионизованную плазму углерода, водорода и других сопутствующих материалов. Эта плазма поджигается постоянным напряжением, приложенным к стенке камеры и термокатоду. В результате возникает сильноионизованная плазма, продукты которой направляются магнитным полем в сторону подложкодержателя с закреплёнными на нём керамическими пластинами и осаждается на подложках в виде графитной и алмазной фазы. Благодаря присутствию атомарного водорода, который является травителем углерода в графитной фазе, происходит преимущественный рост углерода в алмазной фазе. Подложкодержатель вращается в процессе синтеза для получения однородного по толщине слоя алмазоподобной плёнки (АПП) и, что особенно важно, однородного по сопротивлению слоя при легировании. На подложкодержатель подаётся высокочастотное поле амплитудой до 2 кВ, что исключает электростатику, которая препятствует росту АПП. Одновременно с ростом АПП идёт процесс легирования. Легирующая примесь поступает из мишени магнетрона. В зависимости от скорости расхода реагента, материала мишени, тока магнетрона, можно получать АПП с заданными:

- электрическим сопротивлением,
- температурным коэффициентом сопротивления,
- твёрдостью,
- адгезией.

В процессе совместного распыления от плазмотрона и магнетрона, взаимодействия источников исходных материалов не наблюдалось, более того, плазма, индуцированная плазмотроном, способствовала устойчивому горению магнетронного разряда. На подложкодержателе может размещаться до 20 керамических пластин 60x48x1 (мм). Время напыления 60–90 мин. Весь процесс, включая откачку, ВЧ-очистку и охлаждение камеры составляет 4–5 часов.

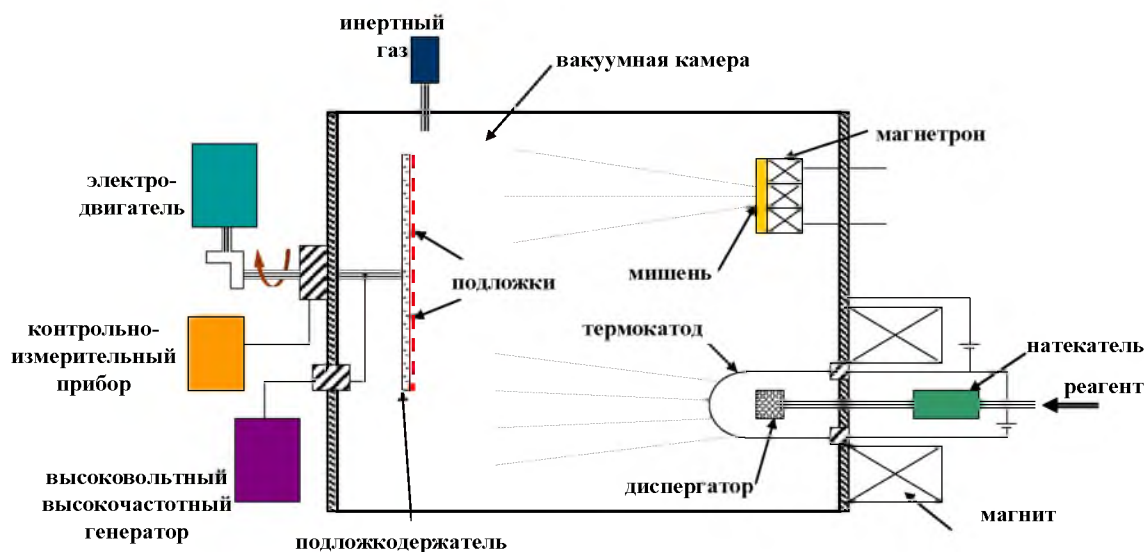


Рис. 1. Схема синтеза АПП  
Fig. 1. Scheme of DLF synthesis

Алмазоподобные кремний-углеродные пленки относятся к наноккомпозитам и представляют собой аморфную матрицу (плазменно-полимеризованный полифенил метилсилоксан, далее – просто ПФМС), которая может содержать наночастицы отличного от матрицы материала (металлы Ti, Zr, Hf, Nb, Ta, Cr, Mo, W; сплавы NiCr, FeNiCr и др.).

В ходе проведения работы был проведен ряд экспериментов, позволивших достичь необходимых свойств материалов для создания датчика расхода на основе АПП.

С целью установления состояния и фазового состава поверхностного слоя пленки был проведен электронографический фазовый анализ. Он осуществлялся на электронографе ЭМР-100 при ускоряющем напряжении 75 кВ в режиме съемки «на отражение». На электронограммах пленок, легированных Hf, Cr, AlN, AlN (нитрид алюминия) + TiNi, Ni отсутствовали дифракционные рефлексы, что свидетельствовало о дифракционно-аморфном состоянии приповерхностного слоя.

### Эксперимент

Существенным фактором, влияющим на структуру и свойства пленок, являются механические напряжения, возникающие в структуре при совместном распылении металла и синтезе АПП. Причины возникновения напряжений могут быть различны. Это и различие коэффициентов линейного расширения подложки и пленки, и собственные напряжения в ней, возникающие при больших концентрациях легирующей примеси. Определение суммарных напряжений структуры "подложка-пленка" производилось путем измерения изгиба кремниевой пластины с нанесенной пленкой методом рентгеновской дифракции. После ионной очистки в стандартном режиме шероховатость поверхности подложки улучшается за счет удаления микрорельефа. Макрорельеф при этом практически не изменяется. После нанесения АПП ее поверхностная шероховатость не повторяет структуру исходной поверхности. Исследование структуры пленок проводилось методами просвечивающей электронной микроскопии, электронографии, рентгеновской дифракции, растровой электронной микроскопии. Пленки для исследований выращивали на подложках из ситалла, графита, кремния и арсенида галлия. Было изучено также, как влияет на структуру отжиг пленок при  $T=600^{\circ}\text{C}$ . Отжиг проводился в вакууме с остаточным давлением  $(2,63-3,9)\cdot 10^{-3}$  Па в течение 30 мин.

Одним из важнейших свойств полученных АПП является высокая поперечная теплопроводность, достигаемая за счет фононового механизма теплообмена, выше  $10^4$  Вт/М·К.

В результате исследований была разработана методика получения сопротивлений на основе АПП с заданными свойствами:

- задаваемая величина ТКС  $10^{-6}-10^{-1}$  К<sup>-1</sup>;
- широкий диапазон удельного сопротивления: от  $10^{-4}$  до  $10^9$  Ом·см;
- высокая стойкость к сверхбольшим плотностям тока (более  $10^6$  А/см<sup>2</sup>);
- высокая радиационная стойкость;
- высокая однородность, термостойкость и низкий уровень шумов.

Эти свойства позволили разработать и создать набор экспериментальных датчиков с заданными параметрами. Главным параметром, для которых является высокий ТКС.

Ниже представлены данные эксперимента готового образца АПП, легированной никелем в камере тепла и холода (рис. 2). Снималась зависимость сопротивления от температуры для нахождения ТКС в актуальном диапазоне температур от 5 до 90 °С. Аналогичные результаты были получены и при экспериментах с образцами легированных нитридом алюминия (AlN), что может говорить о взаимозаменяемости веществ для легирования.

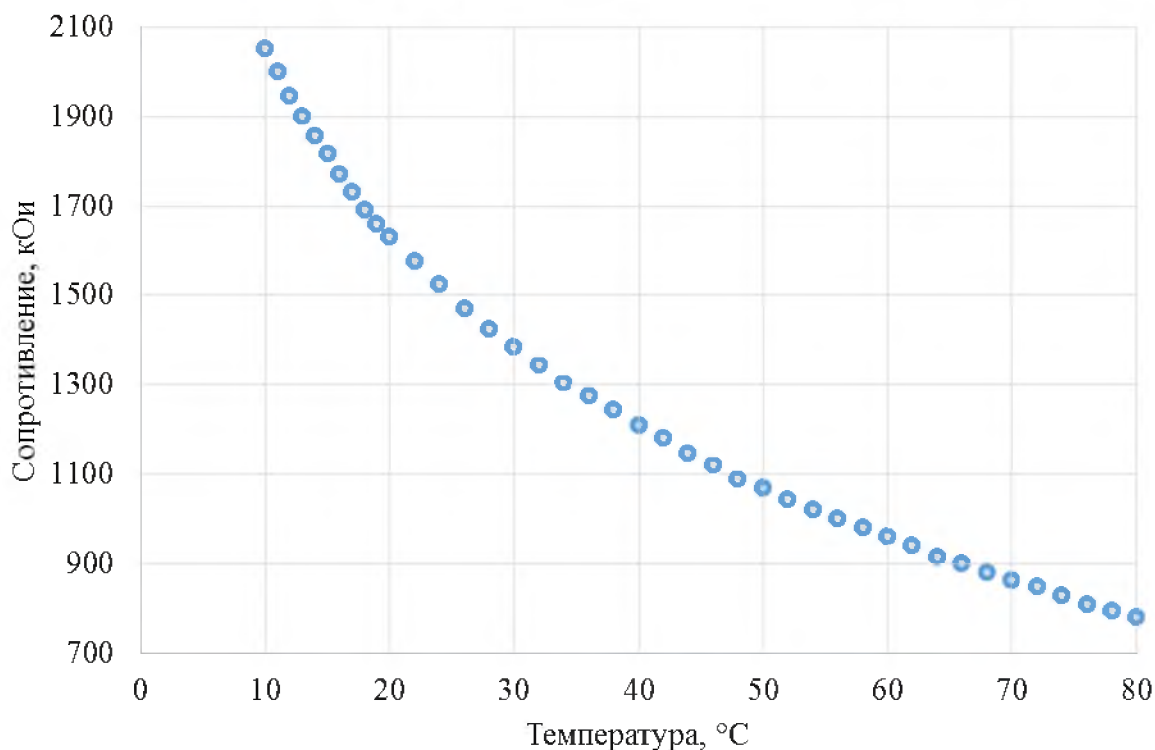


Рис. 2. Зависимость сопротивления АПП, легированных никелем, от температуры  
Fig. 2. The dependence of the resistance of DLF, nickel alloy, the temperature

### Выводы

Используемый метод легирования углеродных пленок позволяет вводить в них в качестве примеси такие металлы как W, Mo, Ta, Ti, Nb, Hf, Cr, Al, Cu, Re в концентрации, достаточной для управления электрическим сопротивлением в широком диапазоне (от 0,1 Ом до 10 МОм). Отличительной особенностью таких пленок от ранее известных является возможность управления температурным коэффициентом сопротивления от  $-2 \cdot 10^{-5}$  до  $+10^{-2} \text{ K}^{-1}$ . Способность выдерживать плотность тока до 106 А/см<sup>2</sup> и отсутствие реактивного сопротивления.

Указанные свойства позволили получить резисторы нового поколения, способные рассеивать мощность до 250 Вт, сохранять работоспособность до температуры 270°C.

АПП, благодаря фоновому механизму теплообмена, имеют высокую поперечную теплопроводность, что позволяет успешно применять ее в теплоточном расходомере.

### Список литературы:

1. Величко М.А. Времяпролетный теплоточный расходомер газа с датчиками на основе алмазоподобных пленок / М.А. Величко // Научный альманах. – Тамбов, 2015. – №11-4(13). – С. 253.  
Velichko M. TOF Gas Flow Meter on Thermal Marks with Diamond-Like Sensors / M. Velichko // Scientific almanac // Tambov, 2015. – №11-4(13). – P. 253