

## Исследование влияния режимов осаждения пленок алмазоподобного углерода на их физико-механические характеристики

*А. А. Рунц, С. Е. Ручкин, Ю. С. Жидик, А. В. Юрьева, М. И. Полосухина*

*Представлены результаты обработки режимов осаждения пленок алмазоподобного углерода на поверхность подложек из нержавеющей стали при разных параметрах процесса, проведена количественная оценка содержания  $sp^3$ -связей и физико-механических характеристик полученных покрытий, сформулирован вывод о влиянии технологических параметров процесса осаждения на данные характеристики.*

*Ключевые слова:* импульсное вакуумно-дуговое испарение, плёнки алмазоподобного углерода, DLC, интегральные схемы.

**DOI:** 10.51368/1996-0948-2021-6-58-62

### Введение

В современном оборудовании волоконно-оптических систем связи широко используются фотонные интегральные схемы на основе Si, LiNbO<sub>3</sub> и InP. Вывод оптического излучения из полупроводниковых лазеров и ввод/вывод оптического излучения для электрооптических модуляторов осуществляется по торцам кристаллов данных микросхем.

Наличие дефектов на торцах напрямую влияет на отражающую способность, и, как следствие, на отражение/пропускание оптического излучения. Единственным способом получить практически бездефектную поверхность торца микросхемы является сочетание методов скрайбирования и раскалывания исходной подложки на кристаллы микросхем вдоль линий кристаллографической ориентации [1]. Используемые при этом технологические стальные инструменты установок скрайбирования и раскалывания должны обладать крайне высокой износостойкостью. Основным способом увеличения срока службы различных деталей подобных механизмов на сегодняшний день является модификация их поверхности различными способами [2]. Наиболее распространенным методом модификации поверхности является осаждение разнообразных тонкопленочных покрытий.

Одним из материалов для таких тонкопленочных покрытий является группа аморфных пленок на основе углерода, обладающих уникальными свойствами: низкий коэффициент трения, высокая химическая стойкость и высокая износостойкость [3, 4]. Конкретные характеристики пленок на основе углерода напрямую зависят от метода и технологических параметров их получения [5]. Целью данной работы является исследование влияния технологических режимов осаждения

---

**Рунц Артем Алексеевич**<sup>1,2</sup>, м.н.с., инженер-исследователь.

E-mail: aar74@tpu.ru

**Ручкин Сергей Евгеньевич**<sup>1,2</sup>, м.н.с., инженер-исследователь.

E-mail: ser2@tpu.ru

**Жидик Юрий Сергеевич**<sup>1,3</sup>, в.н.с., н.с.

E-mail: zhidikyur@mail.ru

**Юрьева Алена Викторовна**<sup>2</sup>, доцент.

E-mail: alencha@tpu.ru

**Полосухина Мария Ивановна**<sup>1</sup>, студентка 1 курса магистратуры.

E-mail: masha.polosukhina@mail.ru

<sup>1</sup> Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.

Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.

<sup>2</sup> НОЦ Б. П. Вейнберга.

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

<sup>3</sup> Институт оптики атмосферы им. В. Е. Зуева СО РАН.

Россия, 634055, г. Томск, площадь Академика Зуева, 1.

*Статья поступила в редакцию 27 октября 2021 г.*

---

© Рунц А. А., Ручкин С. Е., Жидик Ю. С., Юрьева А. В., Полосухина М. И., 2021

пленок алмазоподобного углерода (DLC) методом импульсного вакуумно-дугового испарения на их физико-механические характеристики. Для достижения поставленной цели решались задачи, связанные с исследованием таких физико-механических свойств пленок алмазоподобного углерода как твердость, модуль упругости, шероховатость поверхности, а также методом рамановской спектроскопии исследовались структурные свойства покрытий, полученных в разных режимах осаждения.

### Объекты исследований

Объектом исследования являлись износостойкие DLC покрытия, полученные методом импульсного дугового испарения графитового катода высокой чистоты (99,99 %), в разных технологических режимах на полированные подложки из нержавеющей стали марки 12X18H10T размером 20×20 мм<sup>2</sup>.

Перед загрузкой подложек в рабочую камеру установки они подвергались тщательной обработке для отчистки и обезжиривания в 3 % растворе флаттера (техническое моющее средство).

Дополнительно перед формированием DLC покрытий поверхность подложек подвергалась ионной очистке в вакуумной камере. Для очистки использовался источник ионов с

холловским дрейфом электронов при следующих параметрах: напряжение источника ионов 2,5 кВ, ток разряда 140 мА, давление аргона в камере  $2,1 \times 10^{-2}$  Па, напряжение смещения от 100 В до 1,2 кВ, время обработки 15 минут. После ионной обработки образцы остывали 10 минут.

Для улучшения адгезии DLC покрытия к подложке осаждался адгезионный подслои Ti толщиной порядка 60 нм методом вакуумно-дугового испарения титанового катода марки BT1-00 [6].

После формирования подслоя титана методом импульсного вакуумно-дугового осаждения формировалось DLC покрытие при расстоянии от мишени до подложки 250 мм. Импульсная дуга питалась от конденсаторной батареи емкостью 2000 мкФ (емкостного накопителя). По данной технологии было подготовлено 12 экспериментальных образцов с DLC покрытиями, осажденными при различных значениях частоты следования импульсов и их амплитуды. Параметры режимов осаждения представлены в таблице 1.

После осаждения DLC покрытий толщиной 1 мкм с использованием нанотвердометра NANO Hardness Tester исследовались твердость и модуль упругости. Структурный состав покрытий исследовался методом рамановской спектроскопии.

Таблица 1

Параметры режимов осаждения углеродных покрытий

Образец №	Частота импульсов, Гц	Напряжение емкостного накопителя, В	Напряжение поджига, В	Давление в камере, Па	Количество импульсов
1.1	1	300	400	$\sim 3 \times 10^{-4}$	5000
1.2	2	300			
1.3	3	300			
1.4	5	300			
2.1	5	200			
2.2	1	200			
2.3	2	200			
2.4	3	200			
3.1	2	350			
3.2	1	350			
3.3	5	350			
3.4	3	350			

### Результаты и обсуждение

Относительное содержание  $sp^3$ -фазы является одним из важнейших параметров, определяющих структуру и свойства DLC

пленок. Благодаря своей доступности и неразрушающему характеру, спектроскопия комбинационного рассеяния света является самым популярным методом диагностики DLC структуры.

Измерение рамановских спектров производилось на комплексе Centaur UHR, имеющем в своем составе сканирующий зондовый микроскоп, конфокальный микроскоп, спектрометр с двойной дисперсией, конфокальный лазерный микроскоп и оптический прямой микроскоп.

Для облучения образцов использовались лазеры мощностью 100 мВт и длиной волны 532 нм, время накопления импульсов 3 минуты. Обработка полученных данных производилась путем разложения спектра на две гауссовы компоненты  $G$  (graphite) и  $D$  (disorderdefects), которые находятся в областях  $1530\text{--}1580\text{ см}^{-1}$  и  $1340\text{--}1470\text{ см}^{-1}$  соответственно [7]. Результаты исследований представлены на рис. 1. При увеличении частоты следования импульсов чем ближе отношение  $I(D)/I(G)$  к 1, тем меньше составляющей  $sp^3$ -фазы в покрытии, следовательно, оно более графитоподобно [8].

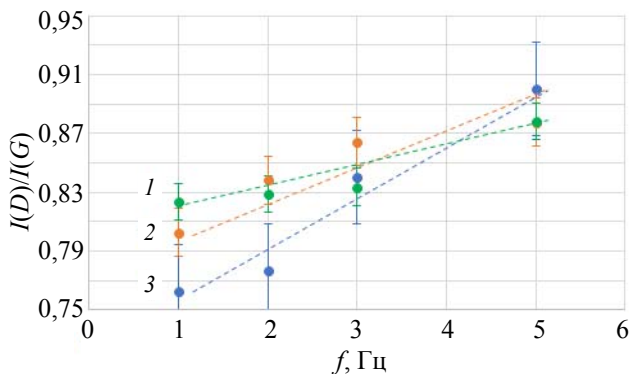


Рис. 1. Зависимость отношений  $I(D)/I(G)$  от частоты импульсов: 1 –  $U_{\text{нак}} = 350\text{ В}$ ; 2 –  $U_{\text{нак}} = 200\text{ В}$ ; 3 –  $U_{\text{нак}} = 300\text{ В}$ .

Используя представленную в работе [9] методику, было рассчитано количество содержания  $sp^3$ -связей в покрытии. На рис. 2 представлена зависимость содержания  $sp^3$ -фазы

в покрытии от изменения частоты следования импульсов при осаждении графита.

Зависимость количественного содержания  $sp^3$ -состояний от частоты следования импульсов показывает, что содержание  $sp^3$ -фазы в покрытии снижается с увеличением частоты импульсов. Это вероятно обусловлено увеличением температуры подложки, что в свою очередь способствует большей степени графитизации покрытия, так как в формирующейся структуре образуется больше дефектов [9].

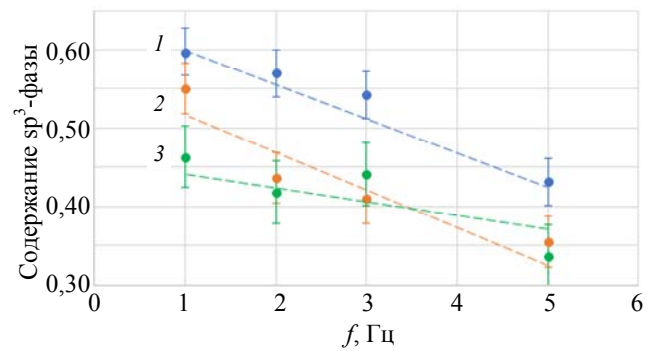


Рис. 2. Зависимость количественного содержания  $sp^3$ -состояний от изменения частоты следования импульсов: 1 –  $U_{\text{нак}} = 300\text{ В}$ ; 2 –  $U_{\text{нак}} = 200\text{ В}$ ; 3 –  $U_{\text{нак}} = 350\text{ В}$ .

Изучение физико-механических свойств покрытий осуществлялось с использованием сканирующего зондового микроскопа. Данная установка предназначена также для измерения твердости до 80 ГПа и абсолютного модуля упругости до 1000 ГПа. В ходе измерений были получены зависимости твердости и модуля упругости исследуемых DLC покрытий от глубины проникновения алмазного индентора [10]. Исходя из полученных данных построены зависимости твердости и модуля упругости исследуемых DLC покрытий от параметров их осаждения (рис. 3 и 4).

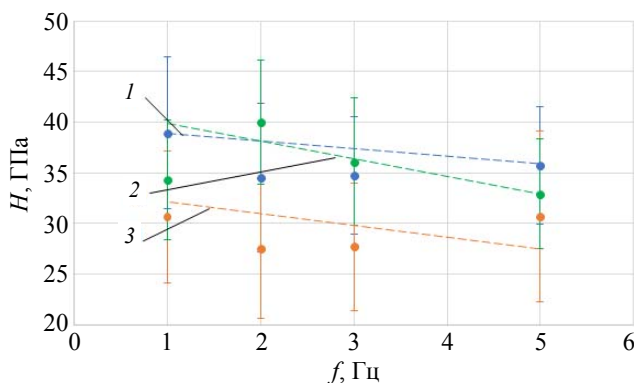


Рис. 3. Зависимость твердости DLC покрытий от частоты импульсного вакуумно-дугового испарения при различных напряжениях емкостного накопителя: 1 –  $U_{\text{нак}} = 300\text{ В}$ ; 2 –  $U_{\text{нак}} = 200\text{ В}$ ; 3 –  $U_{\text{нак}} = 350\text{ В}$ .

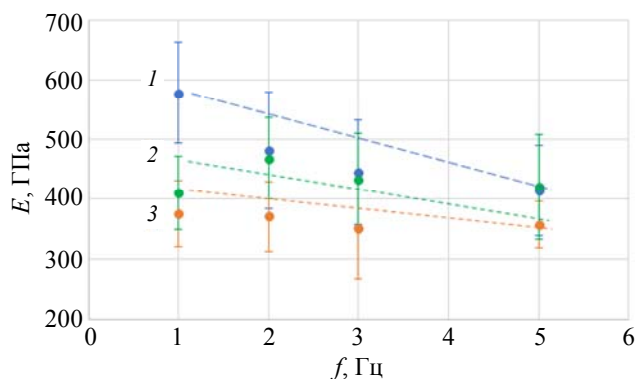


Рис. 4. Зависимость модуля упругости от частоты импульсного вакуумно-дугового испарения при различных напряжениях емкостного накопителя: 1 –  $U_{нак} = 300$  В; 2 –  $U_{нак} = 200$  В; 3 –  $U_{нак} = 350$  В.

### Заключение

Пленки DLC, полученные методом импульсного вакуумно-дугового испарения графитового катода, обладают достаточно высокой (до 40 ГПа) твердостью и модулем упругости. В ходе исследований было установлено, что с увеличением частоты следования импульсов уменьшается количественное содержание  $sp^3$ -связей, что свидетельствует о графитизации и большей дефектности структуры за счет увеличения температуры подложки. Так же было установлено, что с увеличением частоты снижается твердость и модуль упругости покрытия, что также свидетельствует о графитизации покрытия при увеличении температуры подложки. Наиболее твердые пленки были сформированы при минимальной частоте испарения графитовой мишени.

Работа выполнена коллективом научной лаборатории интегральной оптики и радиофотоники при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках соглашения № 075-03-2020-237/1 от 5 марта 2020 г. (внутренний номер проекта FEWM-2020-0040),

а также по проекту фундаментальных исследований РАН № 0293-2019-0006.

Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования ЦКП «Импульс» (регистрационный номер 200568).

### ЛИТЕРАТУРА

1. Klotzkin David J. Introduction to Semiconductor Lasers for Optical Communications. – New York: Springer Science+Business Media, 2014.
2. Roy R. K., Lee K. R. // Journal of Biomedical Materials Research Part B. 2007. Vol. 83. № 1. P. 72.
3. Thomson L. A. // Biomaterials. 1991. Vol. 12. № 1. P. 37.
4. Yuriev Y., Goreninskii S., Runts A., Prosetskaya E., Plotnikov E., Shishkova D., Kudryavtseva Y., Bolbasov E. // Membranes. 2021. Vol. 11 № 9. P. 690.
5. Hauert R. A. // Diamond and related materials. 2003. № 3-7. P. 583.
6. Ding X. // Thin Solid Films. 2002. № 1. P. 183.
7. Cui W. G. // Surface and Coatings Technology. 2010. № 7. P. 1995.
8. Coll B. F., Chhowalla M. // Surface and Coatings Technology. 1996. Vol. 79. № 1–3. P. 76.
9. Robertson J. // Materials science and engineering. 2002. No. 4-6. P. 129–281.
10. Бегеровский В. В. Арутюнова И. Ф. Даньков А. В., Комаров Н. В. // Тяжелое Машиностроение. 2013. № 10. С. 2.

## Study of the influence of diamond-like carbon film deposition technology on the change of its physical and mechanical characteristics

A. A. Runts<sup>1,2</sup>, S. E. Ruchin<sup>1,2</sup>, Yu. S. Zhidik<sup>1,3</sup>, A. V. Yurjeva<sup>2</sup>, and M. I. Polosukhina<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics  
40 Lenina st., Tomsk, 634050, Russia  
Email: zhidikyur@mail.ru

<sup>2</sup> Tomsk Polytechnic University  
30 Lenina st., Tomsk, 634050, Russia

<sup>3</sup> V. E. Zuev Institute of Atmospheric Optics SB RAS  
1 Academician Zuev square, Tomsk, 634055, Russia

*Received October 27, 2021*

*The paper presents the results of testing the technology of deposition of diamond-like carbon films on the surface of stainless steel substrates at different process parameters, a quantitative assessment of the  $sp^3$  bond content and the physical and mechanical characteristics of the coatings obtained, a conclusion about the influence of the deposition process technological parameters on these characteristics is formulated.*

*Keywords:* pulsed vacuum arc evaporation, DLC films, DLC, integrated circuits.

**DOI:** 10.51368/1996-0948-2021-6-58-62

### REFERENCES

1. Klotzkin David J. Introduction to Semiconductor Lasers for Optical Communications (Springer Science+Business Media, New York, 2014).
2. R. K. Roy, K. R. Lee, J. Biomed. Mater. Res. Part B. **83**, 72–84 (2007).
3. L. A. Thomson. Biomaterials. **12**, 37–40 (1991).
4. Y. Yuriev, S. Goreninskii, A. Runts, E. Prosetskaya, E. Plotnikov, D Shishkova, Y. Kudryavtseva, E. Bolbasov, Membranes. **11**, 690 (2021).
5. R. A. Hauert, Diam. Relat. Mater. **3-7**, 583–589 (2003).
6. X. Ding, Thin Solid Films. **1**, 183–187 (2002).
7. W. G. Cui, Surf. Coat. Technol. **7**, 1995–1999 (2010).
8. B.F. Coll, M. Chhowalla, Surf. Coat. Technol. 1996. **1-3**, 76–86 (1996).
9. J. Robertson, Mater. Sci. Eng. **4-6**, 129–281 (2002).
10. V. V. Begerovsky, I. F. Arutyunova, A. V. Dankov, N. V. Komarov, Heavy Engineering. **10**, 2–5 (2013).