

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2026-1-124-132>

УДК 621.793.16

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАФИТОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЫ

Т. Р. Туленбергенов¹, А. А. Агатанова^{2,3*}, И. А. Соколов², Ф. Қ. Жанболатова², Р. Е. Жакия^{2,3}, Д. С. Кульбедин^{2,3}

¹ РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», Курчатов, Казахстан

² Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

³ НАО «Шакарим университет», Семей, Казахстан

* E-mail для контактов: agatanova@nnc.kz

В работе рассмотрен процесс формирования углеродных покрытий, с характеристиками близкими к алмазоподобным, методом плазмохимического осаждения из газовой фазы на установке ПМ-6, разработанной в лаборатории водородных и плазменных технологий в филиале ИАЭ НЯЦ РК. Впервые на установке ПМ-6 реализована возможность получения углеродных покрытий. Исследовано влияние таких технологических параметров, как мощность СВЧ-разряда, состав газовой смеси и температура кремниевой подложки на морфологию, фазовый состав и физико-механические свойства получаемых покрытий. Морфология и элементный состав покрытий изучались с применением сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионного анализа (ЭДС), фазовый состав определялся методом рентгенофазового анализа (РФА), а твердость методом Виккерса.

Установлено, что повышение мощности плазменного разряда до 1,1 кВт и увеличение температуры кремниевой подложки способствуют росту доли углерода в покрытии (до $86 \pm 5,6$ ат.%) и улучшению его равномерности осаждения. Рентгенофазовый анализ показал формирование тонких углеродных слоев с преимущественно графитоподобной структурой. После получения покрытий твердость поверхности достигла 1137 HV, что в два раза превышает показатель твердости исходной кремниевой подложки (416 HV). Результаты подтверждают возможность управляемого синтеза графитоподобных углеродных покрытий посредством оптимизации параметров плазмохимического осаждения.

Ключевые слова: графитоподобные углеродные покрытия, микроволновая плазма, РФА, СЭМ, твердость.

ВВЕДЕНИЕ

Современное развитие технологий предъявляет повышенные требования к материалам, особенно в части их функциональных и защитных характеристик. В связи с этим активно развиваются и внедряются тонкопленочные покрытия различного назначения – декоративные, износостойкие, антикоррозионные и оптические. Подобные покрытия находят широкое применение в таких областях, как микроэлектроника, машиностроение, медицина и другие высокотехнологичные сферы [1–3].

Следует отметить, что физико-механические свойства покрытий в значительной степени зависят от метода осаждения (PVD, CVD), условий и режимов их осаждения. Одно и то же покрытие может демонстрировать широкий диапазон характеристик, определяемых структурой и фазовым состоянием материала. Тонкие пленки, сформированные из различных аллотропных модификаций углерода, включая аморфный углерод и графит, проявляют физико-механические свойства, близкие к свойствам алмаза [2, 4]. Благодаря этому такие покрытия успешно наносятся на режущий инструмент фрезы, сверла, метчики и другие виды оснастки, существенно повышая их износостойкость, термостойкость и долговечность [5–8]. Таким образом, исследование условий формирования тонкопленочных углеродных покрытий и их физико-механических свойств представляет

собой актуальное направление современных научных исследований [9–13].

При плазмохимическом осаждении из газовой фазы (PECVD) для формирования углеродных покрытий в качестве газов-прекурсоров используются различные углеводородные соединения, такие как метан (CH_4), ацетилен (C_2H_2), бензол (C_6H_6), этилен (C_2H_4) и бутан (C_4H_{10}). В качестве плазмообразующей среды, как правило, применяются водород и/или аргон.

Температурный режим оказывает существенное влияние на микроструктуру формирующейся пленки, включая морфологию зерен, их ориентацию, шероховатость поверхности и кристаллическую структуру. Эти параметры критически важны для обеспечения высоких эксплуатационных характеристик покрытий, в частности износ- и термостойкости. Процесс осаждения алмазной фазы, как правило, протекает при температурах до 1500°C , при которых формируются углеродные прекурсоры с преобладанием sp^3 -связей, являющиеся центрами кристаллизации алмазной структуры на поверхности подложки [10, 14–17].

Увеличение мощности СВЧ-разряда способствует росту плотности плазмы и энергий активных частиц (ионов, радикалов), участвующих в осаждении покрытия, что приводит к повышению скорости его роста. Однако чрезмерное повышение мощности может вызвать перегрев подложки, увеличение доли sp^2 -связей и, как следствие, ухудшение механических характеристик покрытия [15].

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАФИТОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЫ

Таким образом, оптимизация выбора газов-прекурсоров, состава газовой смеси, температурного режима и параметров плазменной обработки позволяет управляемо синтезировать высококачественные углеродные покрытия с заданной микроструктурой, контролируемым sp^2/sp^3 -связей и соответствующими механическими свойствами. В связи с этим, целью данной работы является исследование процесса формирования углеродных покрытий на установке ПМ-6 и выявление закономерностей влияния параметров плазмохимического осаждения на их структуру и свойства. В данном исследовании рассматриваются результаты процесса плазмохимического осаждения углеродных покрытий на установке ПМ-6, направленные на исследование влияния мощности СВЧ-разряда и состава газовой смеси на физико-механические характеристики покрытия.

1 МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Экспериментальная установка

В настоящем исследовании рассмотрен метод формирования графитоподобных углеродных покрытий на установке ПМ-6 [1]. Установка ПМ-6 включает реакционную камеру диаметром 27 мм, СВЧ-генератор с частотой 2450 МГц и максимальной мощностью до 6 кВт, а также волновод WR340 с поперечным сечением 138×95 мм. На рисунке 1 представлена схема установки ПМ-6 для формирования покрытий. Плазменным источником является СВЧ генератор – магнетрон. Плазма формируется в реакционной камере, в которую подаются рабочие газы (метан, аргон и водород).

На установке ПМ-6 расход метана и водорода задавались с помощью игольчатого натекателя «Edwards LV10K». Корректировка отраженной мощности сводилась к минимуму с помощью перемеще-

ния дросселей тройного тюнера так, чтобы один из трех оставался в положении «0». Температура подложек в реакционной камере измерялась с помощью термопары ХА, подключенной к информационно-измерительной системе. В качестве подложкодержателя использовался металлический держатель в форме цилиндра высотой 1 см, диаметром 23,5 мм. Для минимизации сопротивления газовым потокам подложкодержатель имеет структуру в виде сот. В качестве подложки использовался кремний толщиной 0,35 мм, с ориентацией (100) и удельным сопротивлением >1 Ом·см. Выбор кремния обусловлен его высокой химической чистотой, однородностью поверхности и совместимостью с углеродом в условиях плазмохимического осаждения.

В рамках данной работы было проведено несколько серии экспериментов по напылению DLC на кремниевые подложки. Основной целью экспериментов являлось изучить процесс формирования графитоподобных углеродных покрытий плазмохимическим методом путем исследования влияния параметров процесса (мощность, температура и расход газов) на качество и свойства наносимого покрытия. В таблице 1 представлены условия проведения экспериментов по формированию DLC.

Широкие диапазоны расходов газов применялись для обеспечения стабильности процесса, поскольку при различных потоках изменяются условия теплового и массообмена в реакционной камере. Отклонения температуры в различных режимах связаны с физико-химической природой протекающих реакций экзотермические и эндотермические процессы, неравномерный тепловой обмен с подложкой и газовым потоком приводят к локальным колебаниям температуры.

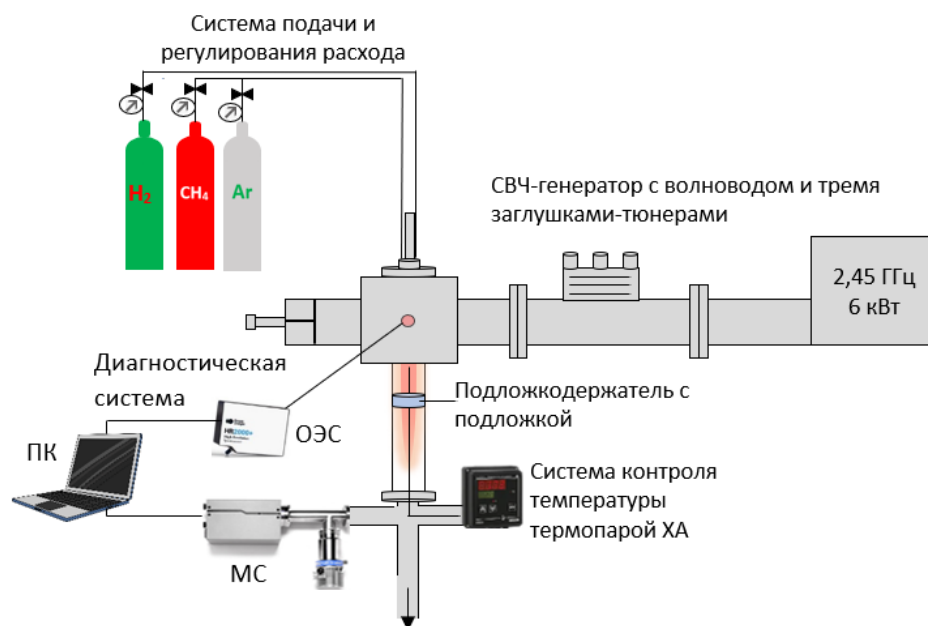


Рисунок 1. Схема установки ПМ-6

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАФИТОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЫ

Таблица 1. Условия проведения экспериментов на ПМ-6

№	Название образца	Мощность микроволновой плазмы W, кВт	Отраженная мощность $W_{отр}$, кВт	Состав газовой смеси	Расход аргона Q(Ar), л/ч	Расход метана Q(CH ₄), л/ч	Температура подложки T, °C
1	Si-C-1	0,6	0	H ₂ +CH ₄ +Ar	368±68	24±1	500±40
2	Si-C-2	0,6	0	CH ₄ +Ar	1154±34	9±1	620±24
3	Si-C-3	1,1	0	CH ₄ +Ar	1163±28	9±1	850±36

Таким образом, использование широких диапазонов температур и расходов необходимо для поддержания устойчивых и воспроизводимых условий эксперимента. В процессе экспериментов использовались два варианта газовых смесей для создания плазмы при осаждении. Добавление водорода является распространенной практикой в литературе для улучшения химического состава и свойств аморфных полупроводниковых покрытий [3, 4]. В ряде исследований [18, 19] показано, что формирование покрытия возможно и без водорода, используя только метан и аргон, что упрощает процесс и снижает требования к газовой смеси.

1.2 Методы анализа покрытия

После проведения экспериментов на установке ПМ-6 образцы были направлены на характеризацию и анализ полученных покрытий.

Исследования морфологии поверхности и элементного состава покрытий проводились с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) TM4000plus с приставкой для энергодисперсионного анализа Bruker.

Для оценки твердости и структуры применялись методы индентирования и рентгенофазового анализа. Твердость образцов измерялась по методу Виккерса [20], путем вдавливания алмазной пирамиды, которая имеет угол при вершине в 136°, на твердомере Qness M60.

Съемка дифрактограмм образцов производилась на дифрактометре D6 Phaser (Bruker) с использованием излучения Cu-K α в диапазоне 20–100°2 θ с шагом 0,013° (время на шаг при съемках составляло 0,5 с). Значения тока и напряжения во время съемки составляли 30 мА, 40 кВ. Обработка дифрактограмм образцов осуществлялась с использованием программного обеспечения DIFRACC.EVA. Идентификация фазового состава проводилась на основе базы данных PDF-4 Axiom 2025. Процедура обработки дифрактограмм включала последовательные этапы: определение и удаление линий, соответствующих излучению K α_2 , определение фона, поиск дифракционных пиков, сопоставление полученных данных с базой фазовых эталонов и автоматическую идентификацию по результатам ранжирования совпадений. Поиск подходящих фаз выполнялся на основании анализа угловых положений и интенсивностей дифракционных пиков, а также сравнения межплоскостных расстояний с эталонными значениями. Высота пиков и их ширина на половине максимума определялись методом автоматизированного профилейного анализа,

реализованного во встроенном функционале программы DIFRACC.EVA.

2 РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

При проведении эксперимента № 1 с добавлением водорода к метану в соотношении 2: 1 степень напыления оказалась низкой. Низкая степень напыления в эксперименте № 1 при мощности 0,6 кВт и температуре 500 °C обусловлена конкуренцией между процессами осаждения углеродной фазы и ее травления атомарным водородом. В данных условиях возможны взаимодействия активных радикалов водорода с формирующимися углеродными связями, переводя их обратно в газовую фазу, что препятствовало росту сплошного слоя. Переход к безводородной смеси позволил исключить эффект травления, обеспечив более высокую концентрацию углеродных радикалов в плазме и стабильный рост покрытия. В дальнейших экспериментах было решено отказаться от использования водорода, ограничившись лишь смесью CH₄+Ar, что позволило добиться более стабильной плазмы, равномерного и стабильного осаждения покрытий.

На рисунке 2 представлены фотографии кремниевых подложек с покрытием, нанесенным при различных параметрах. При визуальном осмотре отмечается влияние параметров процесса на его структуру и равномерность распределения.

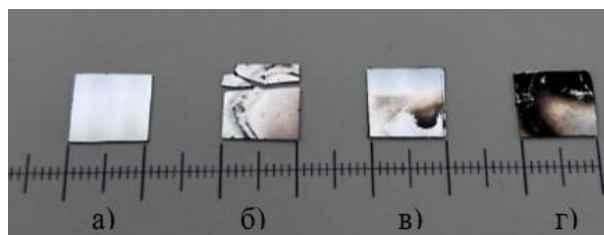


Рисунок 2. Внешний вид исследуемых образцов:
а) кремниевая подложка в исходном состоянии;
б) Si-C-1; в) Si-C-2; г) Si-C-3

На рисунке 2а представлена кремниевая подложка без покрытия. Поверхность подложки гладкая, без видимых изменений, что служит эталоном для сравнения. На образцах Si-C-1 (рисунок 2б) и Si-C-2 (рисунок 2в) наблюдается локальное осаждение покрытия. Присутствуют зоны без напыления, что свидетельствует о неравномерном плазменном потоке. Частичное разрушение образца Si-C-1 произошло при снятии его с углеродного скотча после СЭМ исследования.

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАФИТОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЫ

По сравнению с образцами Si-C-1 и Si-C-2, на поверхности образца Si-C-3 (рисунок 2г) сформировалось покрытие, охватывающее значительную часть подложки. Эти результаты свидетельствуют о частичном приближении параметров процесса к оптимальным режимам осаждения. Тем не менее, покрытие распределено по поверхности подложки неравномерно.

2.1 Анализ морфологии покрытия

По результатам СЭМ-исследований и визуального осмотра установлено, что на поверхности первого образца Si-C-1 покрытие сформировалось лишь локально (рисунок 3).

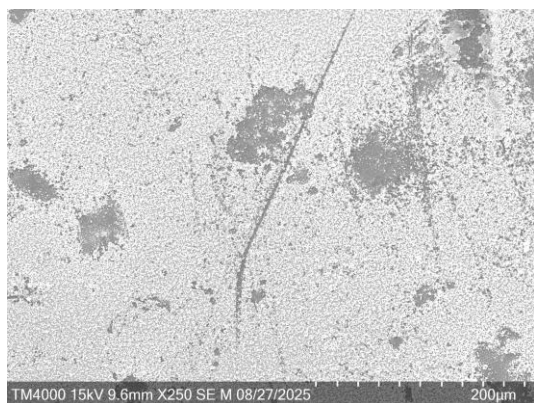
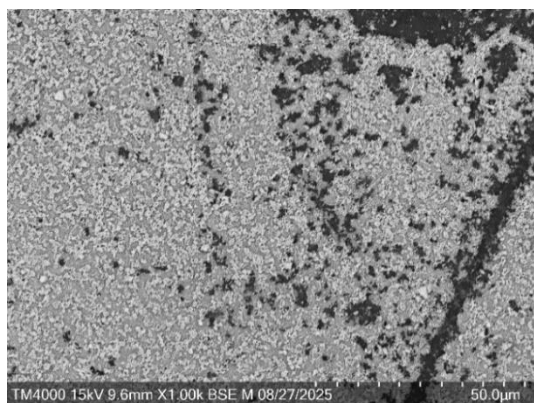


Рисунок 3. СЭМ изображения образца Si-C-1

В режиме обратно рассеянных электронов (BSE) наблюдается эффект термического обжига, сопровождающийся выраженной неоднородностью структуры поверхности. В режиме вторичных электронов (SE) зафиксирована игольчатая морфология, характерная для зон, подвергшихся термическому воздействию; структура расположена в хаотично-ориентированном порядке. Игольчатая морфология может быть связана с локальным перегревом отдельных участков подложки, вызывающим локальный термический обжиг.

Результаты СЭМ анализа второго образца Si-C-2 на рисунке 4 также подтвердили локальное осаждение покрытия. Несмотря на наличие участков с углеродным покрытием, на некоторых изображениях СЭМ наблюдаются области, где покрытия отсутствуют (рисунок 4). В режиме BSE зафиксирована неод-

нородная контрастность, свидетельствующая о вариациях в составе и плотности нанесенного материала. Можно предположить, что низкая температура при мощности 0,6 кВт привела к формированию участков с минимальной или отсутствующей толщиной углеродного слоя.

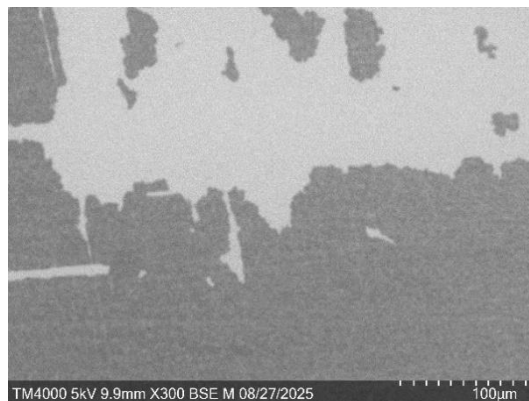


Рисунок 4. СЭМ изображение образца Si-C-2

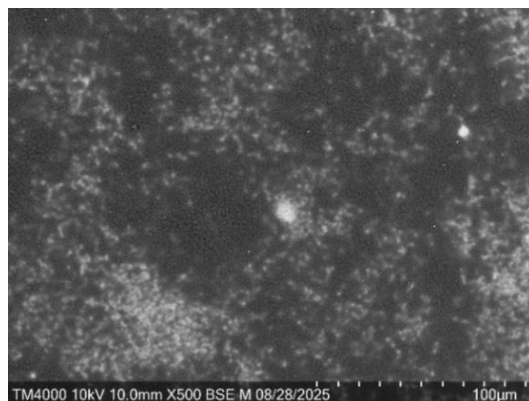


Рисунок 5. СЭМ изображения образца Si-C-3

По результатам СЭМ-анализа установлено, что покрытие на третьем образце Si-C-3 остается неоднородным, однако распределение материала более равномерное по сравнению с первыми двумя образцами. В режиме BSE наблюдаются менее выраженные признаки термического обжига и структурных дефектов, что указывает на повышение качества осаждения покрытия (рисунок 5). На поверхности идентифициро-

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАФИТОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЫ

ваны области с меньшей степенью игольчатости структуры [21–22], что значительно отличается от выраженной игольчатой морфологии, наблюдаемой на образце Si-C-1 (рисунок 3).

Переход от выраженной игольчатой морфологии образца Si-C-1 к более равномерному и плотному слою образца Si-C-3 напрямую связан с изменением параметров микроволновой плазмы. Увеличение мощности СВЧ-разряда до 1,1 кВт способствует значительному росту плотности плазмы и энергии активных частиц (ионов и радикалов). Поскольку повышенная энергия частиц при 1,1 кВт обеспечивает более интенсивную диссоциацию метана, усиление ионной бомбардировки поверхности, что подавляет рост нестабильных «игольчатых» структур, вызванных локальными перегревами при меньшей мощности (0,6 кВт), формирование более стабильной графитоподобной структуры за счет повышения диффузионной подвижности атомов на поверхности при температуре 850 °С.

Более равномерное распределение покрытия связано с увеличением мощности плазменного разряда до 1,1 кВт. Предположительно, это способствовало формированию более стабильной аморфно-графитоподобной структуры и уменьшению игольчатости.

Анализ изображений, полученных с использованием сканирующего электронного микроскопа, выявил выраженную зависимость морфологии напыленных покрытий от температуры осаждения. С повышением температуры в процессе формирования покрытия наблюдается заметное увеличение площади его распределения по поверхности подложки.

Результаты ЭДС подтвердили углеродную природу сформированных покрытий (таблица 2). Для обеспечения достоверности результатов элементного состава измерения проводились в трех различных областях каждого образца, после чего рассчитывалось среднее арифметическое значение и стандартное отклонение.

Результаты ЭДС-анализа показывают, что с изменением технологических параметров осаждения наблюдается увеличение доли углерода в покрытиях с 56,67±5,15 ат.% до 87,66±5,6 ат.%. Этот рост свидетельствует о повышении эффективности осаждения углеродной фазы и формировании более равномерного и стабильного покрытия. Наблюдаемая тенденция согласуется с морфологическими изменениями, установленными по данным СЭМ.

Микроструктура поперечного сечения образца Si-C-3 представлена на рисунке 6. Наблюдается четкое разделение между образовавшимся покрытием и подложкой. Углеродное покрытие характеризуется наличием пор средних размеров. Средняя толщина образованной углеродного покрытия достигает (~4,8±0,3 мкм).

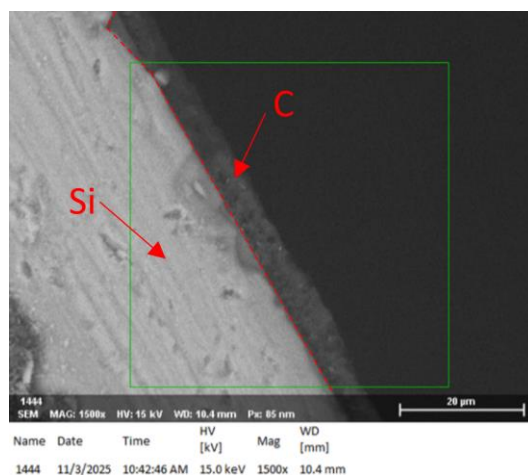


Рисунок 6. СЭМ изображение поперечного сечения образца Si-C-3

Полученные значения элементного состава и толщины покрытия (таблица 2, рисунок 6) указывают, что оптимальные условия осаждения достигаются при более высокой мощности плазменного разряда в диапазоне 1,1 кВт, что способствует увеличению доли углерода в покрытии. Рост углеродной фазы с одновременным снижением доли кислорода и кремния указывает на уменьшение степени окисления поверхности и формирование более чистого углеродного слоя.

2.2 Рентгенофазовый анализ

Дифрактограммы исследуемых образцов представлены на рисунке 7. При одинаковых условиях проведения дифракционного анализа визуально различимые особенности дифрактограмм свидетельствуют о вариациях в фазовом составе и кристаллической структуре покрытий. Для идентификации фаз использовались эталонные карточки дифрактометрических данных: углерод C (PDF 04-020-4354), кремний Si (PDF 04-007-2062) и диоксид кремния SiO₂ (PDF 04-007-2627).

Таблица 2. Элементный анализ образцов

Название образца	Si		C		O	
	mass. %	at. %	mass. %	at. %	mass. %	at. %
Si-C-1	62,14±6,21	41,49±6,63	36,30±5,3	56,67±5,15	1,56±1,62	1,83±2,02
Si-C-2	62,07±4,8	41,32±4,11	37,00±5,71	57,59±5,56	0,94±1,57	1,10±1,69
Si-C-3	22,06±4,23	10,84±3,91	76,30±4,6	87,66±5,6	0,92±1,45	0,80±1,58

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАФИТОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЫ

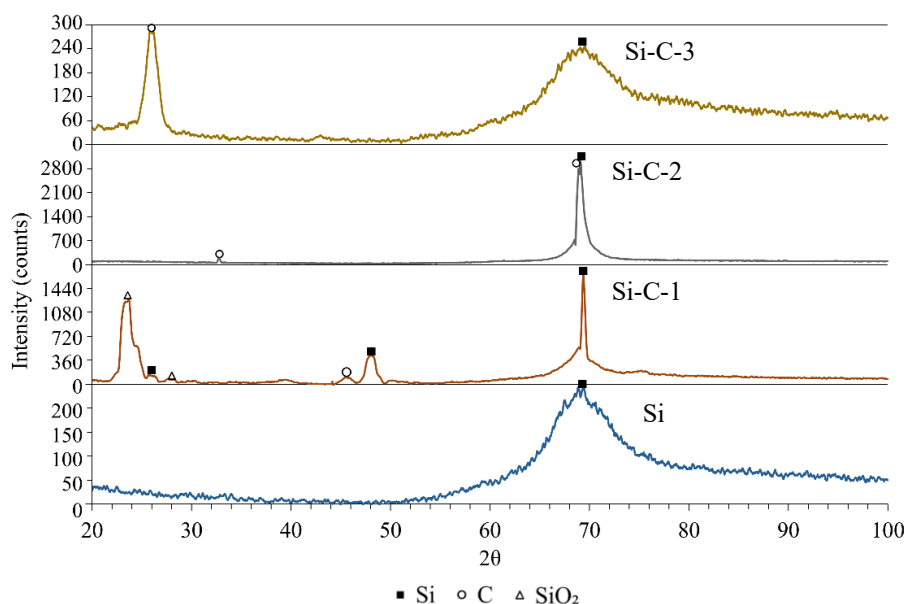


Рисунок 7. Дифрактограмма образцов кремния с углеродным покрытием

Анализ рентгеновских дифрактограмм показал, что основной фазой исследованных образцов является кремний (Si), наличие которого подтверждается интенсивным пиком при $2\theta \approx 69^\circ$. Также на поверхности всех образцов выявлены фазы углерода (C).

Для исходного образца, кремниевой подложки (Si), наблюдается единственный выраженный пик в области $2\theta \approx 69^\circ$, без признаков дополнительных фаз. Структура чистого кремния однородна, без признаков диффузного рассеяния, что указывает на отсутствие аморфных или оксидных компонентов. Это согласуется с тем, что исходная подложка представляла собой монокристаллический кремний.

В образце Si-C-1 фазовый состав представлен пиками, соответствующими кремнию ($2\theta \approx 26^\circ, 48^\circ, 69^\circ$) и диоксиду кремния (широкие пики при $2\theta \approx 23^\circ$ и 28°). Кроме того, при $2\theta \approx 45^\circ$ фиксируется слабый пик, характерный для углерода. Также отмечается повышение интенсивности дополнительных пиков, соответствующих SiO₂, что указывает на частичное поверхностное окисление кремния в процессе осаждения или при последующем контакте с воздухом.

В образце Si-C-2 отмечается значительное увеличение интенсивности пика кремния при $2\theta \approx 69^\circ$, что может свидетельствовать о более высокой степени кристалличности материала. Также регистрируются пики углерода при $2\theta \approx 32^\circ$ и $2\theta \approx 68^\circ$.

В образце Si-C-3 обнаружены фазы кристаллического кремния ($2\theta \approx 69^\circ$) и углерода ($2\theta \approx 26^\circ$). По интенсивности кремниевого пика можно заключить, что образец сохранил исходную монокристаллическую структуру. Наличие углеродных пиков подтверждает формирование тонкого поверхностного углеродного покрытия.

Согласно эталонной карточке PDF 04-020-4354, зарегистрированные пики углерода соответствуют

синтетическому гексагональному графиту (Graphite-2H, syn), который формируется при высокотемпературных или плазменных процессах.

После нанесения углеродного покрытия наблюдается снижение интенсивности основных дифракционных пиков кремния, что, вероятно, связано с частичным экранированием рентгеновского излучения углеродным слоем и уменьшением глубины его проникновения в подложку. При этом положение дифракционных максимумов остается неизменным, что свидетельствует о сохранении параметра решетки и отсутствии структурных искажений в объеме кремния. На фоне основной картины появляется слабый максимум в области $2\theta \approx 25-27^\circ$, характерный для аморфного углерода, что подтверждает образование тонкого неупорядоченного углеродного слоя.

Основным показателем качественного нанесения покрытия является снижение дифракционных максимумов кремния. Поскольку образование аморфного углеродного покрытия не образует ярко выраженных дифракционных максимумов, что в свою очередь способствует уменьшению интенсивности пиков кремниевой подложки.

Исходная кремниевая подложка сохраняет монокристаллическую структуру, тогда как после осаждения покрытия на ее поверхности формируются углеродсодержащие слои с различной степенью упорядоченности. Широкий пик кремния в дифрактограмме объясняется тем, что подложка имеет одну кристаллографическую ориентацию (100) и рост структуры ориентируется преимущественно вдоль этого направления, что влияет на форму пика. Во всех образцах (Si-C-1, Si-C-2, Si-C-3) выявлены фазы Si, SiO₂ и C, при этом углерод представлен синтетическим гексагональным графитом (Graphite-2H, syn), формирующимся в условиях плазменного осаждения.

2.3 Анализ твердости

Для каждого образца твердость определялась в шести различных точках (рисунок 8), среднее значение рассчитывалось автоматически с помощью программного обеспечения прибора. Для кремниевой подложки, образцов с островковой структурой и малой толщиной (Si-C-1, Si-C-2) использовалась минимальная нагрузка 0,025 кгс для исключения прокола покрытия. В образце Si-C-3 были увеличены нагрузка и время выдержки до 0,2 кгс и 10 с для повышения точности измерений на графитоподобном слое. Различие в параметрах индентирования обусловлено морфологическими особенностями полученных покрытий.

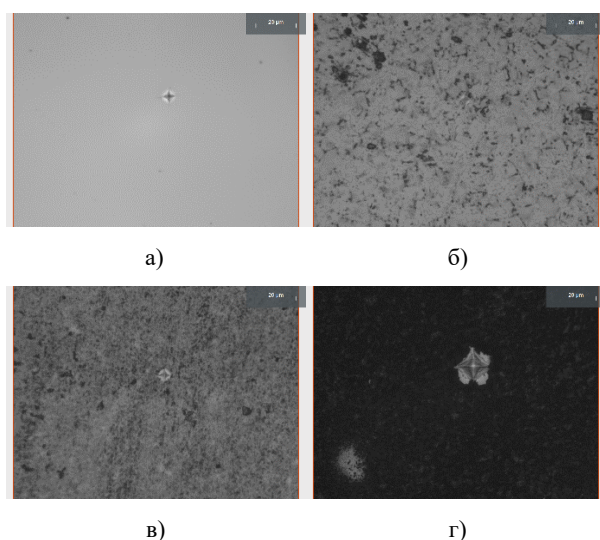


Рисунок 8. Фотографии отпечатков индентора при измерении твердости: а) подложка Si; б) образец Si-C-1; в) образец Si-C-2; г) образец Si-C-3

При низких температурах осаждения наблюдаются островковые образования, между которыми сохраняются открытые участки подложки. С увеличением температуры покрытия приобретают более сплошной характер, а границы между отдельными частицами становятся менее выраженными. Результаты измерения твердости показаны в таблице 3.

Таблица 3. Результаты измерения твердости образцов

Название образца	Прилагаемая нагрузка, кгс	Время выдержки, с	Средняя твердость HV (кгс/мм ²)
Si подложка	0,025	7	416,5±3,6
Si-C-1			1055,7±0,1
Si-C-2			958,4±0,1
Si-C-3	0,2	10	1137,0±0,1

Результаты измерений твердости подтвердили полученные данные по микроструктуре и морфологии. Твердость исходной неосажденной кремниевой подложки составила 416 HV. После нанесения покрытий наблюдается значительное повышение твердости, особенно у образца, осажденного при более высоких температурах (Si-C-3). Максимальное зна-

чение твердости было зафиксировано у третьего образца, для которого твердость достигла 1137 HV. Это может быть связано с более плотной структурой покрытия.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе представлены первые результаты по формированию углеродных покрытий на экспериментальной установке ПМ-6. Установлено, что варьирование мощности СВЧ-разряда и температуры подложки позволяет изменять содержание углерода в слое от 56,67±5,15 ат.% до 87,66±5,6 ат.%. Однако на данном этапе исследований выявлена значительная неоднородность осаждаемого материала и преобладание графитоподобной фазы, что подтверждается данными СЭМ и РФА. Полученные значения твердости (до 1137 HV) демонстрируют потенциал метода, однако для достижения высокого качества и равномерности пленок требуется дальнейшая оптимизация технологических параметров PACVD-процесса.

Финансирование

Работа выполнена при финансовой поддержке Агентства Республики Казахстан по атомной энергии (научно-техническая программа BR23891779 «Научно-техническое обеспечение экспериментальных исследований на казахстанском материаловедческом токамаке КТМ»).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

- Lugo, D.C., Silva, P.C., Ramirez, M.A., Pillaca, E.J.D.M., Rodrigues, C.L., Fukumasu, N.K., Corat, E.J., Tabacniks, M.H., Trava-Airoldi, V.J. «Characterization and tribologic study in high vacuum of hydrogenated DLC films deposited using pulsed DC PECVD system for space applications». *Surface and Coatings Technology*, 332 (2017): 135–141.
- Liao, T.T., Zhang, T.F., Li, S.S., Deng, Q.Y., Wu, B.J., Zhang, Y.Z., Zhou, Y.J., Guo, Y.B., Leng, Y.X., Huang, N. Biological responses of diamond-like carbon (DLC) films with different structures in biomedical application // *Materials Science and Engineering: C*. – 2016. – Vol. 69. – P. 751–759.
- McMaster, S.J., Kosarieh, S., Liskiewicz, T.W., Neville, A., Beake, B.D. Utilising H/E to predict fretting wear performance of DLC coating systems // *Tribology International*. – 2023. – Vol. 185. – Art. 108524.
- Vahidi, A., Ferreira, F., Oliveira, J. Comparative study of dry high-temperature tribological performance of hydrogen-free and hydrogenated DLC films deposited by HiPIMS in DOMS mode // *Tribology International*. – 2024. – Vol. 195. – Art. 109639.
- Lugscheider, E., Bobzin, K., Bärwulf, S., Hornig, T. Oxidation characteristics and surface energy of chromium-based hard coatings for use in semisolid forming tools // *Surface and Coatings Technology*. – 2000. – Vol. 133–134. – P. 540–547.
- PalDey, S., Deevi, S. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N // *Materials Science and Engineering A*. – 2003. – P. 58–79.
- Chen, Z., Peng, G., Chen, P., Xia, Y., Li, G. Investigation of the tribological behavior of chromium aluminum silicon

- nitride coatings via both scratch sliding test and FEM simulation //AIP Advances. – 2019. – Vol. 9(2).
8. Khamseh, S., Nose, M., Kawabata, T., Saiki, A., Matsuda, K., Terayama, K., Ikeno, S. Effect of Deposition Conditions on the Structure and Properties of CrAlN Films Prepared by Pulsed DC Reactive Sputtering in FTS Mode at High Al Content //Materials Transactions. –2008. – Vol. 49(9). – P. 2082–2090.
 9. Balmer, R.S., Brandon, J.R., Clewes, S.L., Dhillon, H.K., Dodson, J.M., Friel, I., Inglis, P.N., Madgwick, T.D., Markham, M.L., Mollart, T.P., Perkins, N., Scarsbrook, G.A., Twitchen, D.J., Whitehead, A.J., Wilman, J.J., Woollard, S.M. Chemical vapour deposition synthetic diamond: materials, technology and applications //Journal of Physics: Condensed Matter. – 2009. – Vol. 21(36). – Art. 364221.
 10. Rani, R., Panda, K., Kumar, N., Sankaran, K.J., Ganesan, K., Lin, I.-N. Tribological properties of ultrananocrystalline diamond films in inert and reactive tribo-atmospheres: XPS depth-resolved chemical analysis //Journal of Physical Chemistry C. – 2018. – Vol. 122. – P. 8602–8613.
 11. Auciello, O. Novel biocompatible ultrananocrystalline diamond coating technology for a new generation of medical implants, devices, and scaffolds for developmental biology //Biomaterials, Medical Applications. – 2017. – Vol. 1. – P. 1–11.
 12. Tamor, M.A., Vassell, W.C. Raman “fingerprinting” of amorphous carbon films //Journal of Applied Physics. – 1994. – Vol. 76(6). – P. 3823–3830.
 13. Wagner, J., Wild, C., Pohl, F., Koidl, P. Optical studies of hydrogenated amorphous carbon plasma deposition //Applied Physics Letters. – 1986. – Vol. 48(2). – P. 106–108.
 14. Schwander, M., Partes, K. A review of diamond synthesis by CVD processes //Diamond and Related Materials. – 2011. – Vol. 20. – P. 1287–1301.
 15. Butler, J.E., Sumant, A.V. The CVD of nanodiamond materials //Chemical Vapor Deposition. – 2008. – Vol. 14. – P. 145–160.
 16. Konicek, A.R., et al. Influence of surface passivation on the friction and wear behavior of ultrananocrystalline diamond and tetrahedral amorphous carbon thin films //Physical Review B. – 2012. – Vol. 85.
 17. Choi, J., Nakao, S., Kim, J., Ikeyama, M., Kato, T. Corrosion protection of DLC coatings on magnesium alloy //Diamond and Related Materials. – 2007. – Vol. 16(4). – P. 1361–1364.
 18. Cho, K.-J., Ryu, J.-T., Baek, Y.-G., Ikuno, T., Honda, S., Katayama, M., Hirao, T., Oura, K. Fabrication and Characteristics of Amorphous Carbon Films Grown in Pure Methane Plasma by using RF PECVD //Japanese Journal of Applied Physics. – 2003. – Vol. 42. – P. 1744–1748.
 19. Priyanto, B., Saleh, M., Tunmee, S., Euaruksakul, C., Cahyono, Y., Triwikantoro, T., Darminto, D. Fabrication of amorphous carbon thin film from CH₄ using PECVD //Materials Science Forum. – 2019. – Vol. 966. – P. 95–99.
 20. ISO 6507-1:2005. Metallic materials – Vickers hardness test – Part 1: Test method //International Organization for Standardization (ISO). –2005.
 21. Hassan, M., Qayyum, A., Ahmad, S., Mahmood, S., Shafiq, M., Zakaullah, M., Lee, P., Rawat, R.S. DLC coating on stainless steel by pulsed methane discharge in repetitive plasma focus //Applied Surface Science. – 2014. – Vol. 303. – P. 187–195.
 22. Miakonkikh, A., Kuzmenko, V. Formation of Black Silicon in a Process of Plasma Etching with Passivation in a SF₆/O₂ Gas Mixture //Nanomaterials. – 2024. – Vol. 14. Art. 945.

МИКРОТОЛҚЫНДЫ ПЛАЗМАНЫ ҚОЛДАНА ОТЫРЫП, ГАЗ ФАЗАСЫНАН КӨМІРТЕК
ЖАБЫНДАРДЫ ҚАЛЫПТАСТЫРУ

Т. Р. Түленбергенов¹, А. А. Агатанова^{2,3*}, И. А. Соколов², Ғ. Қ. Жанболатова², Р. Е. Жақия^{2,3}, Д. С. Кульбедин^{2,3}

¹ «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» РМК, Курчатов, Қазақстан

² ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

³ «Шәкәрім университеті» КеАҚ, Семей, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: agatanova@nnc.kz

Зерттеуде ҚР ҰЯО АЭИ филиалының Сутегі және плазмалық технологиялар зертханасында әзірленген ПМ-6 қондырғысында плазмохимиялық газфазалық тұндыру (PECVD) әдісімен көміртекті жабындардың түзілу процесі қарастырылды. ПМ-6 қондырғысында алғаш рет көміртекті жабындарды алу мүмкіндігі іске асырылды. СВЧ-разряд қуаты, газ қоспасының құрамы және кремний астар температурасы сияқты технологиялық параметрлердің алынатын жабындардың морфологиясына, фазалық құрамына және физика-механикалық қасиеттеріне әсері зерттелді. Жабындардың морфологиясы мен элементтік құрамы сканерлеуші электрондық микроскопия (SEM) және энергия-дисперсиялық талдау (EDS) әдістерімен зерделенді; фазалық құрам рентгенфазалық талдау (XRD) арқылы анықталды, ал қаттылық Виккерс әдісімен өлшенді.

Плазмалық разряд қуатын 1,1 кВт-қа дейін арттыру және кремний астарының температурасын жоғарылату жабындағы көміртек үлесінің (87,66±5,6 ат.% дейін) өсуіне және тұндырылудың біркелкілігін жақсартуға ықпал ететіні анықталды. Рентгенфазалық талдау басым түрде графитке ұқсас құрылымы бар жұқа көміртек қабаттарының түзілуін көрсетті. Жабын алынғаннан кейін бет қаттылығы 1137 HV мәніне жетіп, бастапқы кремний астарының қаттылығынан (416 HV) екі есе жоғары болды. Алынған нәтижелер плазмохимиялық тұндыру параметрлерін оңтайландыру арқылы көміртекті жабындарды басқарылатын түрде синтездеу мүмкіндігін растайды.

Түйін сөздер: көміртекті жабын, микротолқынды плазма, РФТ, СЭМ, Виккерс қаттылығы.

FORMATION OF CARBON COATINGS FROM THE GAS PHASE USING MICROWAVE PLASMA

T. R. Tulenbergenov¹, A. A. Agatanova^{2,3*}, I. A. Sokolov², G. K. Zhanbolatova², R. E. Zhakiya^{2,3}, D. S. Kul'bedin^{2,3}

¹ RSE "National Nuclear Center of the Republic of the Kazakhstan", Kurchatov, Kazakhstan

² Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

³ NP JSC "Shakarim University", Semey, Kazakhstan

* E-mail for contacts: agatanova@nnc.kz

The study examines the formation of carbon coatings produced by plasma-enhanced chemical vapor deposition (PECVD) in the PM-6 system developed at the Laboratory of Hydrogen and Plasma Technologies of the Branch of the Institute of Atomic Energy of the National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan. For the first time, the PM-6 setup has been used to obtain carbon-based coatings. The influence of key technological parameters such as microwave discharge power, gas mixture composition, and silicon substrate temperature on the morphology, phase composition, and physico-mechanical properties of the resulting coatings was investigated. The morphology and elemental composition of the coatings were analyzed using scanning electron microscopy (SEM) and energy-dispersive spectroscopy (EDS), while the phase composition was determined by X-ray diffraction (XRD) and hardness was measured using the Vickers method. It was established that increasing the plasma discharge power to 1.1 kW and raising the silicon substrate temperature enhance the carbon content in the coating (up to 87,66±5,6 at.%) and improve deposition uniformity. X-ray diffraction analysis revealed the formation of thin carbon layers with a predominantly graphitic structure. Following deposition, the surface hardness reached 1137 HV, which is twice that of the initial silicon substrate (416 HV). These results demonstrate the feasibility of controlled synthesis of carbon coatings through optimization of PECVD process parameters.

Keywords: carbon coating, microwave plasma, XRD, SEM, Vickers hardness.