

MW-PECVD GYÉMÁNTRÉTEG NUKLEÁCIÓJA ÉS NÖVEKEDÉSE KÜLÖNBÖZŐ HORDOZÓKON

Ph.D. értekezés
tézisfüzet

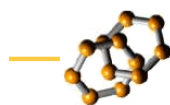
Kováchné Csorbai Hajnalka

Témavezetők: Dr. Hárs György

Dr. Kálmán Erika



Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem



Kémiai Kutatóközpont

Magyar Tudományos Akadémia

CENTER OF EXCELLENCE

2007

A kutatások előzménye

A gyémánt, - szépsége mellett - számtalan olyan különleges fizikai és kémiai tulajdonsággal rendelkezik, amelyek a jövő iparának rendkívül fontos alapanyagává tehetik. Ezek kihasználásának lehetősége a '80-as évektől kezdve merült fel az alacsony-nyomású növesztési technikák kifejlődésével, s azóta nagy erővel folyik a kutatás számos vezető ipari országban.

A mesterséges gyémánt alacsonynyomású kémiai gőzleválasztás módszerével (LPCVD) történő előállítására számos még meg nem oldott problémát vet fel, melyek megoldása nagy kihívást jelent minden anyagtudománnyal foglalkozó kutató számára. A technológia jelenlegi fejlettségi szintjén már sok különböző gyémánt vékonyréteget hoztak létre eltérő hordozókon, azonban a kialakulás folyamatának elmélete még mindig nem teljesen tisztázott. Az elmélet tökéletesítésével, a mechanizmusok pontos megértésével az empirikus kísérleti növesztéseket felválthatják a sokkal hatékonyabb, célirányos fejlesztések.

Célkitűzések

Ph.D. munkám során célkitűzésem volt olyan összefüggő gyémántréteg kialakítása, mely alkalmas lehet korrózióálló bevonat céljára konkrét alkalmazási területeken. Ehhez első sorban meg kellett valósítani a túlyukmentes (pinhole-free) gyémántréteget. Ennek érdekében az ismert mikrohullámmal aktivált, plazma segített CVD (MW-PECVD) berendezést használtam, melyen a minta fűtését és elektromos előfeszítését szükség szerint átalakítottam. További feltétele a gyakorlati alkalmazásoknak a térben strukturált felületek bevonásához szükséges módszer kidolgozása, melyre a szelektív gyémántleválasztás technikáját dolgoztam ki. A gyémántréteg lehetséges alkalmazása félvezető eszközként további igényt vetett fel a kontaktálás kapcsán, melyet különböző fémfelületeken kialakított gyémántbevonattal valósítottam meg. Néhány speciális alkalmazásnál

problémát jelenthet, ha a bevonat nem elég rugalmas, így további kutatási irányként vékonyabb, összefüggő gyémántréteg kialakítását céloztam meg. Kísérleteim során gyémántréteg magképződését és növekedését vizsgáltam Si, SiN_x, SiON felületén, valamint Si/SiO₂ struktúrán. A kísérleteket MW-PECVD berendezésben végeztem, CH₄/H₂ gázkeverékből.

Vizsgálati módszerek

A kialakított bevonatokat lézeres interferométerrel, anizotrop kémiai marás módszerével, pásztázó elektronmikroszkóppal (PEM), atomi erőmikroszkóppal (AFM) valamint RAMAN spektroszkópiával kapott eredmények alapján vizsgáltam.

Új tudományos eredmények

1. Korrózióálló összefüggő gyémántréteg előállítása sík egykristály Si felületén. [1], [2], [5], [6], [7], [8], [10], [13]

Tülyukmentes gyémántréteget állítottam elő sík Si lapon a magképződési és növekedési szakasz időtartamának optimalizálásával. A magképződési illetve növekedési szakaszok időtartamának meghatározott értéke 12 perc illetve 8 óra, ugyanezen periódusok optimális hordozóhőmérsékletét 850°C illetve 800°C-ban határoztam meg.

2. Összefüggő gyémántréteg kialakítása térben strukturált egykristály szilícium felületén. [1], [2], [5], [6], [8], [9], [11], [14]

Térben strukturált felület elektromos potenciálviszonyainak számítógépes szimulációja alapján kifejlesztettem a visszazabályzott elektromos előfeszítés módszerét, melynek segítségével lehetővé vált összefüggő gyémántréteg kialakítása az ilyen felületeken.

3. Szelektív gyémántleválasztás Si/SiO₂ struktúrán, áramlásmérő struktúra kialakítása gyémántréteg segítségével. [3], [4], [5], [6], [12], [15], [16], [17]
 - 3.1 Szelektív gyémántleválasztást valósítottam meg Si/SiO₂ struktúrán, korrózióálló bevonatként történő alkalmazás céljából és javaslatot tettem a módszer alkalmazására áramlásmérő szenzorstruktúra kialakítása céljából.
 - 3.2 Szelektív gyémántréteg leválasztással öntartó, gyémántból felépülő irányérzékeny áramlásmérő struktúrát állítottam elő.
4. Gyémánt/DLC kettősréteg kifejlesztése korrózióálló bevonat céljából. [3], [4], [16], [17], [18], [20]
 - 4.1 Gyémánt/DLC kombinált szén védőrétegrendszer gyémántrétegének optimális vastagságát 150 nm-ben határoztam meg.
 - 4.2 Megállapítottam, hogy a kifejlesztett gyémánt/DLC kombinált rétegrendszer KOH/i-propil alkohol eleggyel szembeni ellenálló képessége nagymértékben meghaladta a két réteg külön-külön tapasztalható ellenálló képességének összegét, valamint az azonos vastagságú csak egyik típusú anyagból álló réteg védőképességét.

Az eredmények hasznosítása

A gyémántrétegek alkalmazhatóságának számos eddig még meg nem oldott probléma szabja meg a határait. Széles körben vizsgált terület a gyémánt adalékolásának és kontaktálásának lehetősége. Az MTA Kémiai Kutatóközpontjában 2004-ben adtak át egy olyan mikrohullámmal aktivált plazma segített CVD berendezést, mely lehetővé teszi a gyémántréteg bórral történő adalékolását.

A felhasználási területet tovább bővíti a Cu, Ni és Iridium felületén készülő gyémántréteg, mellyel kapcsolatban jelenleg is folytatott kutatásokat.

A gyémántrétegen túl egyéb szén rétegek vizsgálata, kombinációja szintén nagy lehetőségeket rejt, így a rendelkezésre álló MW-PECVD berendezéssel megkísérlem nanocsövek, DLC rétegek kialakítását is.

Tézispontokhoz kapcsolódó tudományos közlemények

1. **H.K.Csorbai**, A. Kováts, Sz. Kátai, Gy. Hárs, Cs. Dücső, E. Kálmán, P. Deák: Microwave-CVD Diamond layers on 3D structured Si for Protective Coating, Diamond and Related Materials 11, Vol. 3-6, p. 519-522, 2002
2. **H.K.Csorbai**, P. Fürjes, Gy. Hárs, Cs. Dücső, I. Bársony, E. Kálmán, P. Deák: Microwave-CVD Diamond Protective Coating for 3D structured Silicon Microsensors, Material Science Forum, Vol. 414-415, p. 69-73, 2003
3. **H.K.Csorbai**, G. Kovách, G. Pető, P. Csíkvári, A. Karacs and E. Kálmán: Combination of CVD diamond and DLC film growth with pulsed laser deposition to enhance the corrosive protection of diamond layers, Material Science Forum, Vol. 473-474, p. 67-72, 2005
4. **H.K.Csorbai**, G. Kovách, P. Fürjes, P. Csíkvári, A. Sólyom, Gy. Hárs and E. Kálmán: Development of self-supporting polycrystalline diamond bridge, Material Science Forum, Vols. 537-538 (2007) pp. 145-150, közlésre elfogadva, 2007
5. **H.K.Csorbai**, G. Kovách, G. Pető, P. Csíkvári, A. Karacs, Gy. Hárs and E. Kálmán: Diamond/DLC double layer used in corrosive protective coating, Applied Surface Science, elfogadva
6. **Csorbai H.**, Hárs Gy., Dücső Cs., Bársony I., Kálmán E. és Deák P.: Korrózióvédő gyémántrétegek előállítása nyomásmérő szenzorokon való alkalmazás céljából, Technika folyóirat, 2002
7. Kováts A., **Csorbai H.**, Deák P.: Mikrohullámú CVD módszerrel előállított gyémántrétegek alkalmazási lehetőségei, KOHÁSZAT Bányászati és Kohászati Lapok, 2002

Előadások:

8. **H. Csorbai**, A. Kováts, Sz. Kátai, Gy. Hárs, Cs. Dücső, E. Kálmán, P. Deák
Corrosion protective diamond layer on flat Si surface, XIth European Conference on
Diamond, Diamond-Like Materials, Carbon Nanotubes, Nitrides and Silicon Carbide,
Porto, Portugália, 2000
9. **H. Csorbai**, A. Kováts, Sz. Kátai, Gy. Hárs, Cs. Dücső, P. Deák and E. Kálmán:
MW-PECVD diamond layers on 3D structured Si for Protective Coating ISE
Conference, San Francisco, USA, 2001
10. **H. Csorbai**, A. Kováts, Sz. Kátai, Gy. Hárs, Cs. Dücső, E. Kálmán, P. Deák:
Microwave-CVD Diamond layers on 3D structured Si for Protective Coating, XIIth
European Conference on Diamond, Diamond-Like Materials, Carbon Nanotubes,
Nitrides & Silicon Carbide, Budapest, 2001
11. **H. Csorbai**: Korrózióálló gyémántréteg előállítása, Kémiai Doktori Iskola, 2000
12. **H. Csorbai**: Gyémántréteg kialakítása strukturált Si felületen, Kémiai Doktori Iskola,
2001
13. **H.K. Csorbai**: Gyémántrétegek alkalmazásának legújabb lehetőségei, Kémiai
Doktori Iskola, 2002
14. Gy. Hárs, **H. Csorbai**, P. Deák: Tülyukmentes gyémántréteg előállítása MW-PECVD
módszerrel II. Országos Anyagtudományi, Anyagvizsgálati és Anyaginformatikai
Konferencia és Kiállítás, Balatonfüred, 1999
15. **H. Csorbai**, P. Fürjes, Gy. Hárs, Cs. Dücső, I. Bársony, E. Kálmán, P. Deák:
Microwave-CVD Diamond Protective Coating for 3D structured Silicon
Microsensors III. Országos Anyagtudományi, Anyagvizsgálati és Anyaginformatikai
Konferencia és Kiállítás, Balatonfüred, 2001
16. **H.K. Csorbai**: Legújabb eredményeink CVD módszerrel történő gyémántleválasztás
terén, PhD hallgatók II. Anyagtudományi napja, Veszprém, 2002
17. **H.K. Csorbai**, G. Kovách, G. Pető, P. Csíkvári, A. Karacs and E. Kálmán:
Combination of CVD diamond and DLC film growth with pulsed laser deposition to
enhance the corrosive protection of diamond layers, IV. Országos Anyagtudományi,
Anyagvizsgálati és Anyaginformatikai Konferencia és Kiállítás, Balatonfüred, 2003
18. **H.K. Csorbai**, G. Kovách, Gy. Hárs, E. Kálmán: Legújabb eredményeink CVD
módszerrel történő gyémántleválasztás terén ELFT Fizikus Vándorgyűlés,
Szombathely, 2004

19. **H.K. Csorbai**, G. Kovách, P. Fürjes, P. Csíkvári, A. Sólyom, Gy. Hárs and E. Kálmán: Newest results on the field of CVD diamond deposition, V. Országos Anyagtudományi, Anyagvizsgálati és Anyaginformatikai Konferencia és Kiállítás, Balatonfüred, 2005

Találmányi bejelentés:

20. Dr. Pető Gábor, **Kováchné Csorbai Hajnalka**, Karacs Albert, Kovách Gergely, Dr. Kálmán Erika, Dr. Deák Péter, Dr. Molnár György, Dr. Hárs György: Korrózió kémiai közegben ellenálló gyémánt- gyémántszerű szén védőrétegrendszer és előállítása, 2004.07.27, 0425399 iktatási szám, P0401509 ügyszám, MTA MFA-MTA KK- BME

További tudományos közlemények

21. G. Kovách, **H.K. Csorbai**, Gy.Z. Radnóczy, Gy. Vida, Z. Pászti, G. Pető and A. Karacs: Properties of laser ablated amorphous carbon layer, Material Science Forum, Vol. 414-415, p. 127-132, 2003
22. E. Kálmán, P. Nagy, Á. Csanády, K. Papp, **H. K. Csorbai**, Cs. Hunyadi, J. Telegdi: AFM and SEM: competing or complementary techniques? Material Science Forum, Vol. 414-415, p. 241-251, 2003
23. G. Kovách, **H.K. Csorbai**, G. Dobos, A. Karacs and G. Pető: Formation and characterization of electric contacts on CVD diamond films prepared by ion implantation, Material Science Forum, 2005
24. G. Kovách, **H.K.Csorbai**, Gy.Z. Radnóczy, Gy. Vida, Z. Pászti, G. Pető and A. Karacs: Properties of laser ablated amorphous carbon layer, EMCR Conference, Strassbourg, Franciaország, 2001
25. G. Kovách, G. Pető, A. Karacs, M. Veres, **H.K. Csorbai**, A. Sólyom: Thin film carbon layers with continuously changing bounding properties, Material Science Forum, Vol. 537-538 p. 207-214, nyomtatás alatt, 2007
26. G. Kovách, G. Pető, A. Karacs, Gy. Radnóczy **H.K. Csorbai**, L. Guzzi, M. Veres, M. Koos, L. Papadimitriou: Electronic and structural properties of Ar⁺ ion bombarded diamond, elbírálás alatt

Köszönetnyilvánítás

Köszönettel tartozom konzulenseimnek Dr. Hárs Györgynek és Dr. Kálmán Erikának a sok segítségért, melyet e Ph.D. munka elkészítéséhez nyújtottak, Dr. Pálinkás Gábornak, Dr. Richter Péternek, Dr. Deák Péternek és Dr. Kocsányi Lászlónak a kutatáshoz szükséges anyagi és infrastrukturális háttér biztosításáért, Dr. Sólyom Andrásnak, Dr. Dücső Csabának, Dr. Pető Gábornak, Kovách Gergelynek, Papp Katalinnak, Dr. Deákné Tóth Móriának, Csanády Andrásné Dr.-nak és Dr. Nemes Lászlónak a munkám során szükségessé vált vizsgálatok elvégzésében nyújtott segítségükért és számos tanácsukért. Szintén köszönöm az MTA Kémiai Kutatóközpont Nanoszerkezetek és Felületmódosítás Osztályán dolgozó kollégáimnak, az Atomfizika Tanszék Felületfizikai Laboratóriumában dolgozóknak, valamint az MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet kutatóinak, hogy bármikor fordulhattam hozzájuk problémáimmal illetve hogy megjegyzéseikkel segítették munkámat.