

П.И. ГЛУШКО, канд. техн. наук, с.н.с., ННЦ «ХФТИ», Харьков,
А.Ю. ЖУРАВЛЁВ, м.н.с., ННЦ «ХФТИ», Харьков,
В.Л. КАПУСТИН, нач. группы, ННЦ «ХФТИ», Харьков,
Н.А. СЕМЁНОВ, зам.нач.отдела, ННЦ «ХФТИ», Харьков,
Н.А. ХОВАНСКИЙ, вед.инж.-иссл., ННЦ «ХФТИ», Харьков,
Б.М. ШИРОКОВ, докт. техн. наук, с.н.с., ННЦ «ХФТИ», Харьков,
А.В. ШИЯН, инж.-иссл. II кат., ННЦ «ХФТИ», Харьков

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ КАРБИДА КРЕМНИЯ ПУТЁМ СОВМЕСТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ТЕТРАХЛОРИДА КРЕМНИЯ И ТОЛУОЛА В ПРИСУТСТВИИ ВОДОРОДА

Описан принцип получения карбида кремния на установке проточного типа. В зависимости от различного соотношения между активными компонентами газовой фазы $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8$, поступающими в реактор, исследована и изучена морфология SiC слоя. Показано влияние скорости парогазового потока и температуры подложки на скорость осаждения SiC .

Описано принцип отримання карбиду кремнію на установці проточного типу. Залежно від різного співвідношення між активними компонентами газової фази $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8$, які надходять в реактор, досліджена і вивчена морфологія SiC шару. Показано вплив швидкості парогазового потоку і температури підкладки на швидкість осадження SiC .

Is described principle of obtaining silicon carbide on install a flow-through type. Depending on the different ratio between the active components of the gas phase $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8$, has been investigated and studied the morphology of the SiC layer. Shown the influence of velocity steam-gas flow and substrate temperature on deposition rate of SiC .

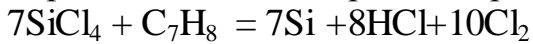
Введение. Карбид кремния (SiC) вследствие высоких физико-химических характеристик может применяться в различных областях. Благодаря высокой прочности, химической стойкости он широко применяется как абразивный материал, для резания прочных материалов, точения инструментов. Кроме того, из порошкообразного SiC изготавливают высокотемпературные нагреватели, а из аморфного SiC -светодиоды и солнечные элементы. В настоящее время существует большой интерес в использовании данного вещества в качестве [полупроводникового](#) материала в электронике, где его высокая [теплопроводность](#), высокое [электрическое поле](#) пробоя и высокая плотность [электрического тока](#) делают его перспективным материалом для высокомоощных устройств [1]. Карбид кремния имеет очень низкий [коэффициент теплового расширения](#) ($4,0 \times 10^{-6}\text{K}$) и он не испытывает [фазовые переходы](#) из-за которых может произойти разрушение монокристаллов [2].

За последнее время появляется всё большее число работ по получению карбида кремния из газовой фазы (CVD) с разнообразием используемых газофазных систем и режимов эпитаксиального роста [3]. Одним из перспективных способов его получения в чистом виде является метод осаждения

на нагретой поверхности из паровой фазы смеси легколетучих и углеродсодержащих продуктов [4-5].

Методика исследования. В качестве источника кремния мы использовали SiCl_4 , а источником углерода являлся толуол C_7H_8 .

Термодинамические расчеты реакций



показали, что без свободного водорода реакция образования карбида кремния не может протекать. Образовавшийся в реакционном объеме свободный хлор приводит к травлению конденсата. Однако, в присутствии свободного водорода происходит значительное уменьшение изобарного потенциала, что свидетельствует о возможности образования карбида кремния см. рис.1.

Получение карбида кремния путём совместного разложения тетрахлорида кремния и толуола в присутствии водорода осуществляли на установке проточного типа, схема которой приведена на рис. 2.

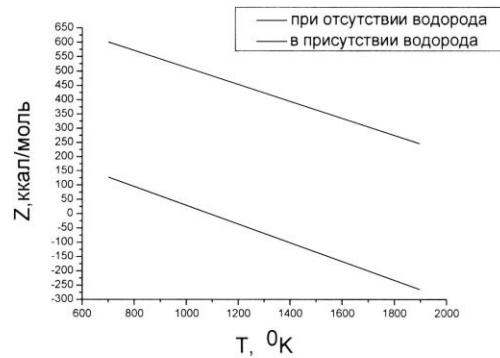


Рис. 1. Зависимость изобарно-изотермического потенциала реакций от температуры

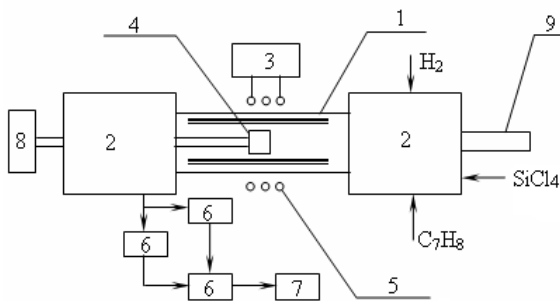


Рис.2 Схема газовой установки: 1 – реакционная камера, 2 – форкамеры, 3 – генератор, 4 – подложка, 5 – индуктор, 6 – азотные ловушки, 7 – форнасос, 8 – источник питания нагревателя, 9 – смотровое окно

Принцип получения карбида кремния состоит в следующем: жидкая исходная смесь тетрахлорида кремния и толуола, приготовленная из компонентов в выбранном соотношении, подается с заданной скоростью в испаритель, где смешивается с поступающим туда водородом, расход которого регулируется ротаметром. Полученная в испарителе гомогенная парогазовая смесь поступает дальше в реактор из кварцевой трубы диаметром 150 мм. В качестве подложки использовали предварительно карбидизированный

графит. Применявшийся в работе четыреххлористый кремний и толуол были высокой чистоты, а водород подвергали сушке и очистке от кислорода и других примесей последовательным пропусканием над нагретой медью и расплавленным металлическим натрием.

Для любой из газовой фазы систем в CVD карбида кремния с независимыми источниками одним из основных параметров, оказывающих существенное влияние на кристаллическую структуру и морфологию растущего слоя, является соотношение между активными компонентами газовой фазы $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8$,

поступающими в реактор. Так при соотношении в исходной смеси $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8=3,5$ наблюдалось выделение на экране и стенках в значительных количествах чёрного аморфного осадка см. рис.3.

Анализ этого осадка показал, что он практически является чистым углеродом. При этом соотношении, независимо от температуры получения, почти все образцы оказались малопрочными осадками от серого до чёрного цвета слоистой структуры см. рис.4.



Рис.3. Аморфный осадок, выделяющийся на стенках реактора при соотношении $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8=3,5$ (x 750)

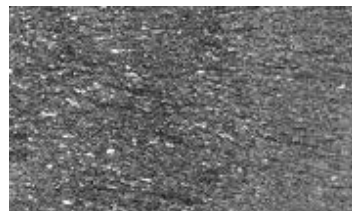


Рис.4. Образцы, образовавшиеся при соотношении $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8=3,5$ (x 750)

При соотношении $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8=7,4$ образуются конденсаты, состоящие из карбида кремния и пирографита см. рис.5. При увеличении температуры от 1400°C до 1700°C концентрация частиц карбида кремния в пироуглероде возрастает.

Совершенно другой вид имеют покрытия, полученные при $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8=11$ в диапазоне температур $(1400...1700)^{\circ}\text{C}$. Они представляют собой плотные, прочные металлоподобные осадки, имеющие более ровную поверхность с ярким блеском и мелкозернистой структурой см. рис.6.



Рис.5. Морфология конденсата при соотношении $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8=7,4$ (x750)

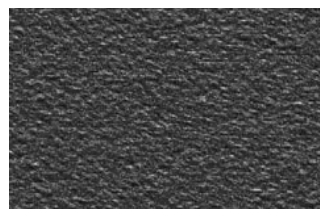


Рис. 6. Образцы, образовавшиеся при 1400°C и соотношении $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8=11$ (x750)

Исследование кинетики процесса осаждения SiC показало, что с увеличением температуры подложки с 1400°C до $1700...1720^{\circ}\text{C}$ наблюдается быстрое увеличение скорости осаждения. Последующее снижение скорости осаждения обусловлено взаимной диффузией газообразных реагентов и продуктов. В области ещё более высоких температур, когда пересыщение велико и реагирующие газы перегреты, происходит гомогенное зародышеобразование с выпадением твёрдого продукта реакции, в

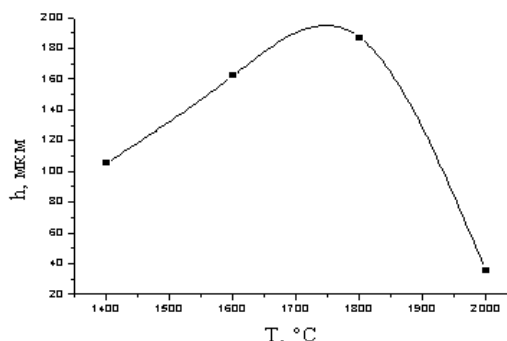


Рис.7. Зависимость толщины покрытия от температуры подложки; $t=15$ мин; соотношение $\text{SiCl}_4:\text{C}_7\text{H}_8:\text{Si}:\text{C} = 11$ в исходной парогазовой смеси

результате чего снижается скорость осаждения а, следовательно, и толщина покрытия на подложке. Температурная зависимость скорости осаждения карбида кремния на подложке представлена на рис.7.

В работе также исследовалось влияние скорости парогазового потока на скорость осаждения. Анализ результатов показал, что с увеличением скорости парогазового потока скорость образования карбида кремния увеличивается.

Выводы:

1. Получен карбид кремния из парогазовой смеси четыреххлористого кремния, толуола и водорода.

2. Исследована морфология слоя SiC в зависимости от соотношения исходных реагентов SiCl₄:C₇H₈ и температуры подложки.

3. Изучена кинетика процесса осаждения SiC.

4. На основании проведенных исследований установлены оптимальные условия получения карбида кремния: температура подложки (1600÷1700)°C; соотношение SiCl₄:C₇H₈ в исходной парогазовой смеси 11,0; избыточное количество водорода 10-кратное по отношению к суммарному расходу (SiCl₄+C₇H₈). Суммарный расход парогазовой смеси (30...90) л/час.

Список литературы: 1. *Bhatnagar M.; Baliga, B.J. Comparison of 6H-SiC, 3C-SiC, and Si for power devices* // IEEE Transactions on Electron Devices. - Март 1993. — В. 3. — С. 645–655. 2. Harris, Gary Lynn. *Свойства карбида кремния* // Properties of silicon carbide. — United Kingdom: ИЕЕ, 1995. — 282 с. — Р. 19; 170–180. 3. *Зелёнин В.В., Корогодский М.Л., Лебедев А.А.* Некоторые аспекты газофазной эпитаксии карбида кремния // Физика и техника полупроводников. – 2001. – Т 35. - Вып. 10. 4. *Minagva S., Gatot H.C. Japan. J. Appl. Phys.* - 1680 (1971). - 10 (12). 5. *Зеленин В.В., Соловьёв В.А., Старобинец С.М., Конников С.Г., Челноков В.Е.* // ФТП. – 1995. – вып 29 (6). – С. 1122.

Поступила в редколлегию 27.08.2011

УДК 547.497.6:547.584

В.В. ШТАМБУРГ, канд. хим. наук, ст. преп., НТУ «ХПИ», Харьков

Б.В. УСПЕНСКИЙ, ст. преп., НТУ «ХПИ», Харьков

В.Г. ШТАМБУРГ, докт. хим. наук, проф., ГВУЗ «УГХТУ», Днепропетровск

А.А. АНИЩЕНКО, канд. хим. наук, доц., ДНУ им. О. Гончара,

Днепропетровск

А.В. МАЗЕПА, канд. хим. наук, с.н.с., ИФХ им. А.В. Богатского НАН

Украины, Одесса

СИНТЕЗ 1,8-БИС(НАФТАЛИМИДОКСИ)-3,6-ДИОКСАОКТАНА

1,8-Бис(нафталімідоокси)-3,6-діоксаоктан синтезовано реакцією 1,8-дибром-3,6-діоксаоктану з натрієвою сіллю N-гідроксинафталіміду.

The 1,8-bisnaphthalimidoxy-3,6-dioxaoctane has been synthesized by the reaction of 1,8-dibromo-3,6-dioxaoctane with sodium salt of N-hydroxynaphthalimide.

Бис-нафталіміди являються високоефективними противораковими препаратами, т.к. наличие двух нафталімідних фрагментов в молекуле