

УДК 621.921.34:621.921.34–413:621.923.4:662.23.05

А. А. Шульженко¹, член-корр. НАН Украины; **Е. Е. Ашкинази**², канд. техн. наук;
В. Н. Ткач¹, **В. В. Стрельчук**³, доктора физико-математических наук; **А. С. Николенко**³,
канд. физ.-мат. наук; **А. Н. Соколов**¹, **Л. И. Александрова**¹, кандидаты технических наук;
М. Г. Лошак¹, д-р техн. наук; **А. М. Куцай**¹, **В. Г. Гаргин**¹, кандидаты технических наук;
В. В. Гаращенко¹, **А. П. Большаков**², **В. Г. Ральченко**², кандидаты физико-математических
наук; **В. И. Конов**², член-корр. РАН

¹*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*

²*Институт общей физики им. А. М. Прохорова РАН, г. Москва*

³*Институт физики полупроводников им. В. Е. Лашкарева НАН Украины, г. Киев*

ПОЛУЧЕНИЕ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО CVD АЛМАЗА, ВЫРАЩЕННОГО В СВЧ ПЛАЗМЕ

Приведены особенности разработанной в Центре естественно-научных исследований Института общей физики им. А. М. Прохорова РАН технологии получения, структура и свойства монокристаллического CVD-алмаза, выращенного на подложке из синтетического алмаза.

Ключевые слова: монокристалл, CVD-алмаз, осаждение, фотолюминесценция, инфракрасная спектроскопия, линии Кукучи, комбинационное рассеяние света, твердость

Введение

Стремительное развитие элементной базы микроэлектронной техники, ее миниатюризация в сочетании с повышением мощности и быстродействия, а также использование в экстремальных условиях приводит к тому, что все более начинает сказываться ограниченность применения электронных чипов на основе кремния. Актуальным становится поиск альтернативных материалов. В этой связи все большее внимание исследователей привлекает алмаз с его уникальными физическими свойствами.

Однако несмотря на большое количество экспериментальных данных, доказывающих перспективность использования в оптике и электронике рабочих элементов на основе монокристаллов алмаза как природного, так и статического синтеза, последние не нашли широкого применения. Причиной этого является невозможность организации серийного производства вследствие того, что каждый монокристалл отличается уникальным набором физических свойств и соответственно свойства каждого прибора на его основе также будут уникальными.

Новые перспективы применения алмаза появились в результате разработки технологии его синтеза при низком давлении (метод CVD – chemical vapor deposition) [1]. В частности, метод синтеза алмаза из СВЧ плазмы (MPCVD) в смесях углеводородов (метана) и водорода обеспечивает наивысшую чистоту материала среди других известных CVD-методов и позволяет получать поли- и монокристаллический алмаз с минимальным содержанием примесей бора и азота (менее 100 ppm) [2] т. е. на один-два порядка ниже, чем для лучших природных кристаллов или синтезируемых при высоком давлении и температуре (метод HPHT).

Обеспечение заданных свойств и больших размеров выращенного CVD-алмаза являются ключевыми преимуществами технологии его изготовления. Эти особенности делают CVD-процесс выращивания алмаза привлекательным для других отраслей промышленности, которые ранее не могли использовать алмаз из-за ограничений по размеру кристалла, его совершенства и стабильности свойств.

В ведущих научных центрах мира Geophysical Laboratory of Carnegie Institution of Washington, Southern African Institute of Mining and Metallurgy, институт общей физики им.

А. М. Прохорова РАН, ФГУП «НПП «Исток») проводят активные научные исследования, направленные на разработку CVD-технологий выращивания высокочистых монокристаллов алмаза высокой степени структурного совершенства [3–6].

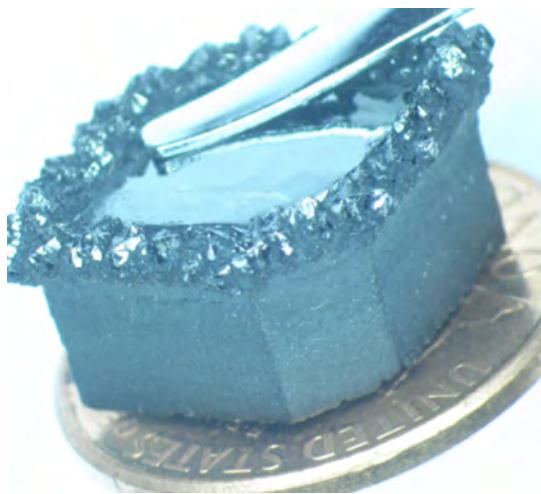


Рис. 1. Внешний вид эпитаксиального слоя монокристалльного CVD-алмаза на подложке из монокристалла алмаза [7]

Внешний вид монокристалльного эпитаксиального слоя алмаза, выращенного CVD-методом на подложке из монокристалла алмаза, показан на рис. 1.

Области применения монокристаллических эпитаксиальных алмазных пленок: полевые СВЧ-транзисторы, ультрафиолетовые и рентгеновские детекторы, инфракрасные окна, монохроматоры для синхротронного излучения, лазерная техника.

Цель настоящей работы – исследовать структуру и свойства монокристаллического CVD-алмаза, выращенного на подложке из синтетического алмаза в соответствии с технологией, разработанной в Центре естественнонаучных исследований Института общей физики им. А. М. Прохорова РАН (ЦЕНИ ИОФ РАН).

Материалы и методики исследований

Монокристаллический эпитаксиальный слой CVD-алмаза толщиной 580 мкм вырастили из смеси метан–водород в СВЧ плазме в реакторе ARDIS-100 производства ООО «Оптосистемы» (г. Троицк, Россия) по технологии, описанной в [1]. В качестве подложки использовали ориентированную в плоскости (100) пластину, вырезанную из синтетического монокристалла алмаза статического синтеза (НРНТ-алмаза) и тщательно отполированную. Условия осаждения пленки были следующими: площадь грани (100) подложки – 21,7 мм², толщина – 0,78 мм, соответственно, концентрация метана в смеси 4 %, давление в камере 130 торр, вводимая в камеру СВЧ мощность 2,3 кВт, температура подложки 970°C, скорость роста 8,8 мкм/час.

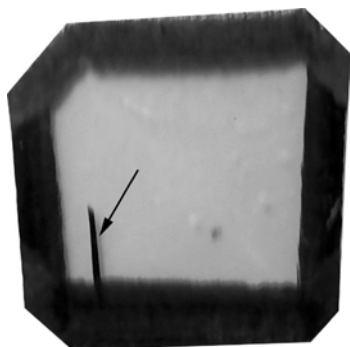


Рис. 2. Оптическая фотография в отраженном свете монокристаллической алмазной пленки, осажденной на подложку из монокристалла синтетического алмаза в СВЧ плазме. Стрелкой указан дефект (трещина) в подложке

Рельеф поверхности пленки содержал почти параллельные ступеньки роста глубиной около 1 мкм. После полирования CVD-слоя его толщина уменьшилась до 0,49 мм. Фотография двуслойного образца (пленка на подложке) после полирования с двух сторон показана на рис. 2.

Темная рамка на рис. 2 представляет собой сильно дефектный поликристаллический алмаз, осажденный на гранях, отличных от (100). Темная полоса вдоль одной из сторон – трещина в подложке, появившаяся в процессе осаждения. Размер образца (включая поликристаллическую зону) – 5,7×5,6 мм. Измеренная на оптическом профилометре NewView 5000

(ZYGO) средняя шероховатость поверхности CVD-слоя $R_a = 2,4$ нм, со стороны подложки $R_a = 3,9$ нм. Монокристаллический эпитаксиальный CVD слой прозрачный, цвет подложки из синтетического монокристалла алмаза статического синтеза желтый.

Для исследования образца методом инфракрасной (ИК) колебательной спектроскопии использовали комплекс ИК-Фурье спектроскопии Nicolet Instrument Corporation – Nexus (США). В его состав входит Фурье-спектрометр Nicolet 6700 и сопряженный с ним ИК-микроскоп Nicolet Continuum. Наряду с традиционной записью стандартных спектров пропускания в диапазоне волновых чисел $700\text{--}4000\text{ см}^{-1}$ осуществляли спектральное картографирование алмазного образца. Технология спектрального картографирования позволяет осуществлять большое количество локальных спектральных измерений. С помощью функционального объединения составляющих картографической системы – ИК-микроскопа, моторизованного столика, видеокамеры и соответствующего программного обеспечения (в настоящих исследованиях OMNIC Atlas) – осуществляли эффективный пространственно детерминированный анализ оптических и соответственно структурных характеристик образца. Пример работы программного обеспечения спектрального картографирования показан на рис. 3.

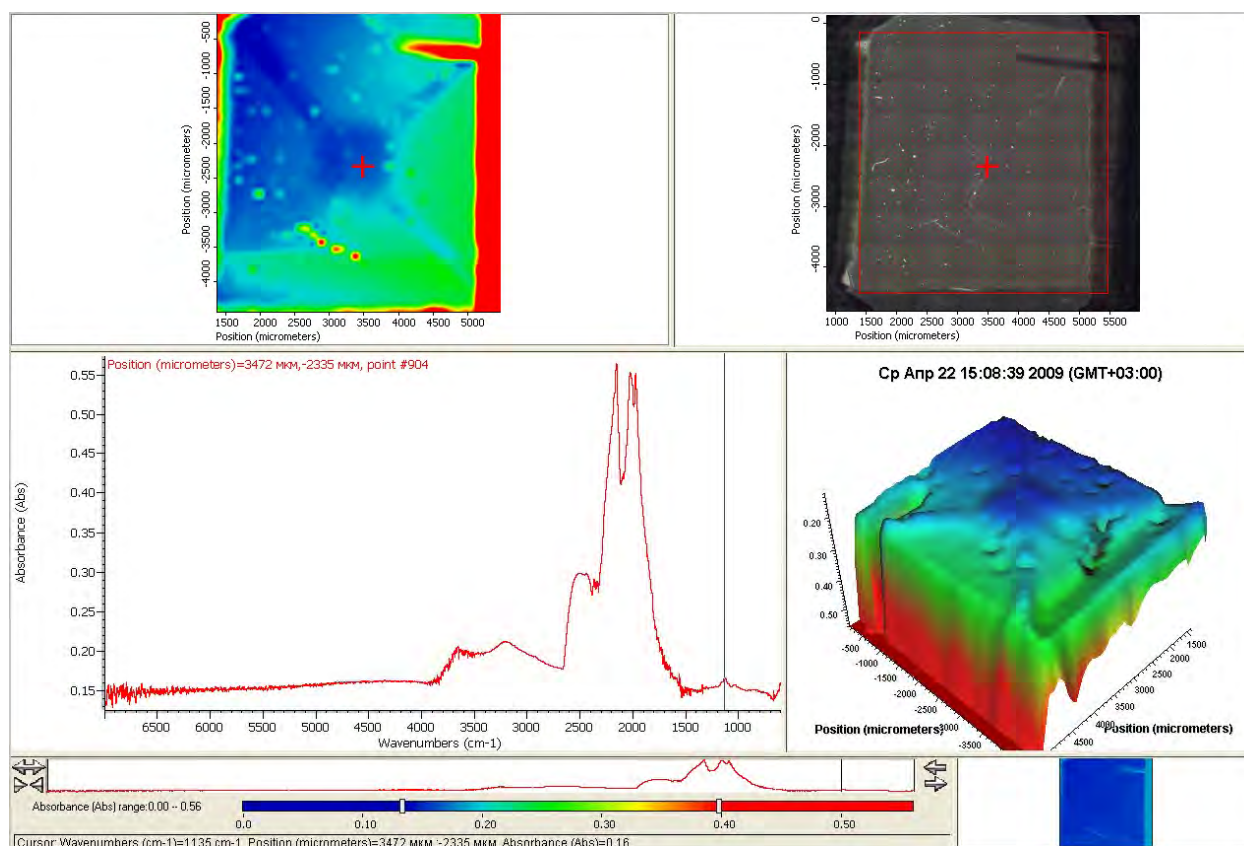


Рис. 3. Интерфейсное окно программного обеспечения для спектрального картографирования с результатами исследования алмазного образца

Аналитическая область, из которой записывались спектры, представляла собой квадрат со стороной длиной 100 мкм.

Измеряли спектры комбинационного рассеяния света (КРС) и фотолюминесценции (ФЛ) в геометрии на отражение при комнатной температуре тройным рамановским спектрометром T-64000 Horiba Jobin-Yvon, оснащенный охлаждаемым CCD-детектором. Для возбуждения использовали линии Ar-Kr ионного лазера с длиной волны 488,0 нм и HeCd лазера с длиной волны 325 нм. Излучение фокусировали на образце в пятно размером 1 мкм с помощью объектива 100×/NA0.9, мощность падающего на образец излучения составляла около 1 мВт. Спектральное разрешение при измерении спектров КРС составила $0,15\text{ см}^{-1}$.

Степень кристаллического совершенства монокристаллического эпитаксального CVD-слоя оценивали на основании результатов анализа сформированных в дифракционных картинах линий Кикучи, полученных с использованием комплекса HKL CANNEL 5 (фирма «Oxford Instruments»).

Линии Кикучи (по фамилии получившего их японского физика) – это пары полос, образующихся при электронной дифракции от монокристалла. Эту микроструктурную кристаллографическую методику для исследования кристаллографических ориентаций многих материалов можно использовать также для исследования текстуры или преимущественных ориентаций моно- или поликристаллического материала [9]. Появление линии Кикучи свидетельствует, во-первых, о высокой степени совершенства кристалла. Во-вторых, картину линий Кикучи можно использовать для определения ориентации тонких монокристаллических пленок с большей точностью, чем по одним только брэгговским рефлексам.

Центры линий Кикучи на дифракционной картине являются пересечением кристаллографических осей, генерирующих эту линию, исследуемой точки образца с поверхностью люминесцентного экрана. Пересечения линий Кикучи соответствуют пересечению кристаллографических осей с люминесцентным экраном. Поэтому как линиям Кикучи, так и их пересечениям можно приписать соответствующие индексы.

Картирование кристаллографических ориентаций производят методом автоматического индексирования по узлам некоторой сетки на поверхности образца. Чем мельче зерно сетки, тем получают более детальную информацию. Но при этом может значительно увеличиться продолжительность эксперимента. Необходимо соблюдать баланс детальности исследования в зависимости от задач эксперимента. Очевидным результатом картирования являются наглядные и привлекательные карты, однако основным результатом – подробная информация о зернах, межзеренных границах, текстуре.

Результаты картирования монокристалла синтетического алмаза, выращенного в системе Ni–Mn–C [10] показаны на рис. 4.

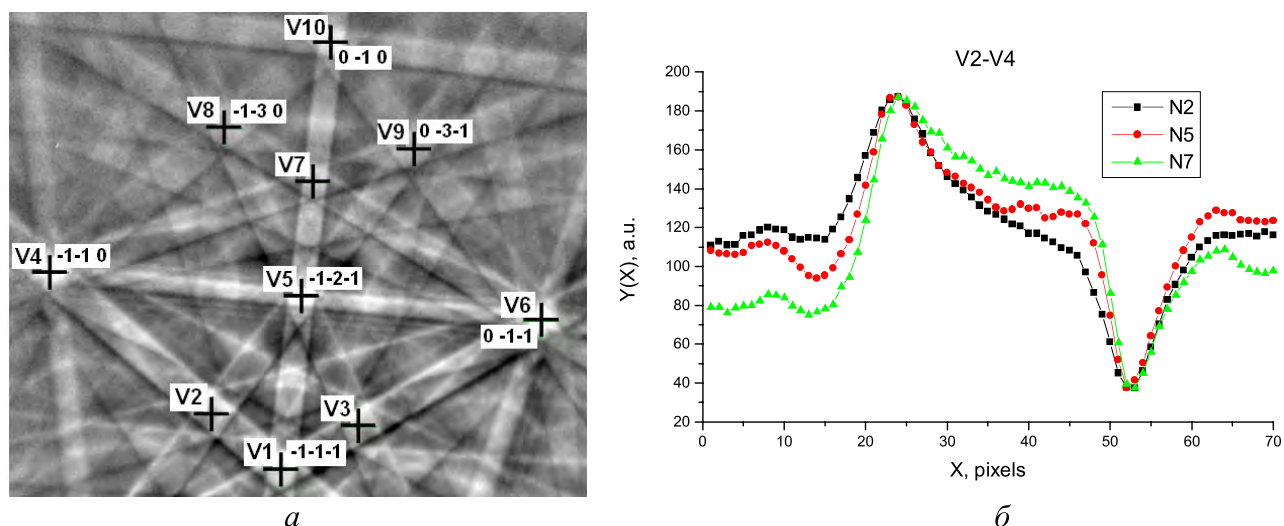


Рис. 4. Линии Кикучи в монокристалле синтетического алмаза, выращенного в системе Ni–Mn–C: а – катодолуминесцентное изображение; б – нормированные по максимальным и минимальным значениям профили $y(x)$ распределения интенсивности линий Кикучи для плоскостей (между узлами V2–V4). N2, N5, N7 – номера областей кристалла [10]

Из информации, полученной картированием, можно выделить области с преимущественными кристаллическими направлениями – текстурой. Возможно построение полюсных и обратных полюсных фигур, получение карт особых границ и полнейшей статистики по ним.

Для исследования тонкой структуры наращенной пленки и степени ее рассогласования с подложкой применили метод рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения – один из наиболее эффективных методов получения такой информации. Рентгеновскую дифракцию исследовали с использованием трехкристального спектрометра (ТКС) фирмы «Philips».

Твердость исследуемого материала определяли с помощью микротвердомера ПМТ-3 с использованием в качестве индентора алмазной пирамиды Виккерса [11] при нагрузке на индентор 4,9 Н. Размеры диагоналей отпечатка измеряли с помощью оптического микроскопа «Неофот» при увеличении $\times 800$.

Результаты исследований и их обсуждение

Результаты картирования монокристаллического эпитаксиального слоя и подложки из монокристалла синтетического алмаза, на которую он был нанесен, показаны на рис. 5.

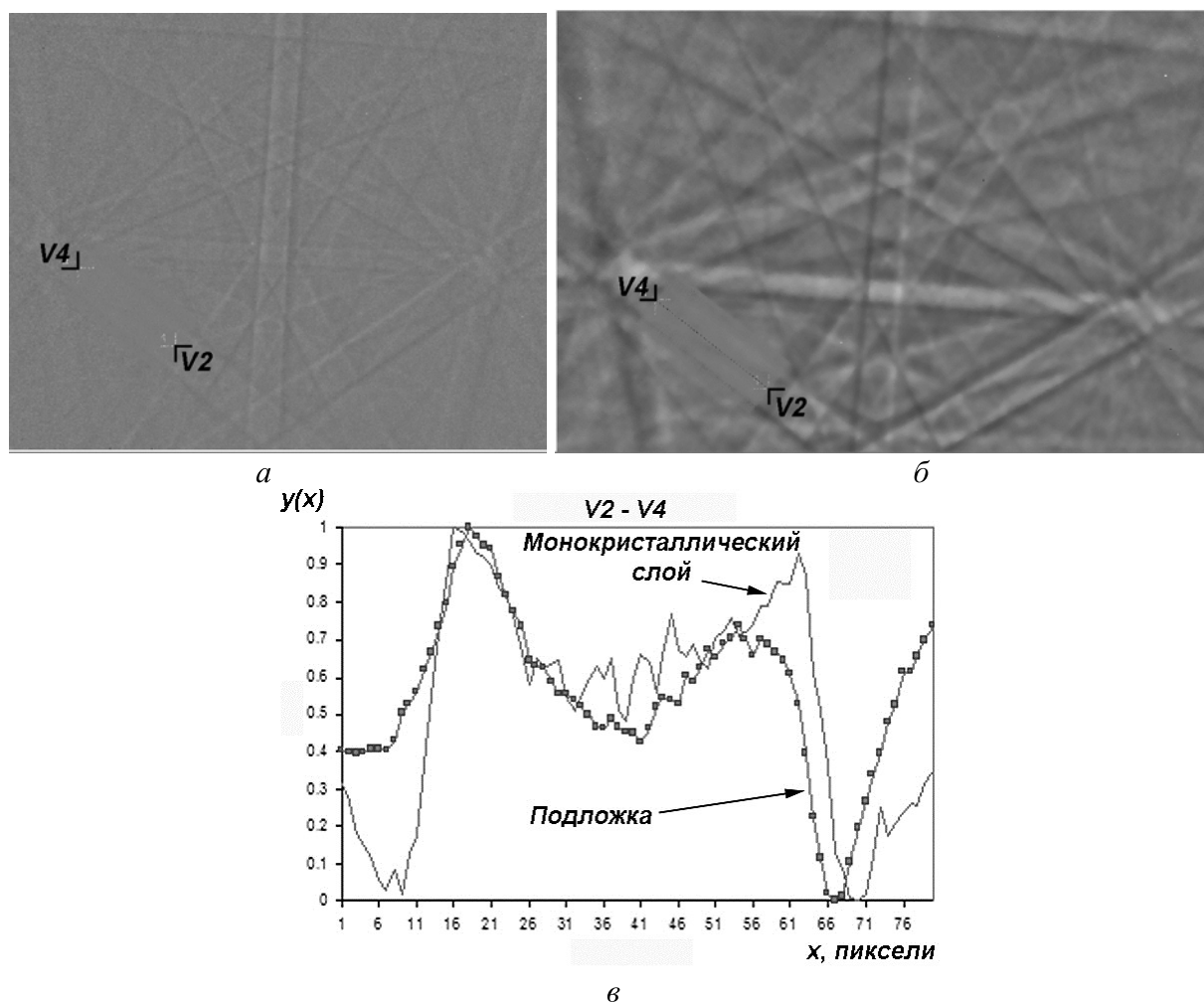


Рис. 5. Линии Кикучи в монокристалльной пленке, выращенной на подложке из монокристалла синтетического алмаза: а, б – катодолуминисцентные изображения соответственно пленки и подложки; в – нормированные по максимальным и минимальным значениям профили $y(x)$ распределения интенсивности линий Кикучи для плоскостей (между узлами V2–V4)

Более размытые линии на рис. 5, а по сравнению с рис. 5, б свидетельствуют о более напряженной кристаллической структуре наращенного монокристаллического алмазного слоя.

Несовпадение пиков на рис. 5, в, является либо следствием несовпадения параметров кристаллической решетки алмазного слоя и подложки, либо результатом разворота плоскости (001) эпитаксиального слоя относительно соответствующей плоскости подложки.

Поскольку в профилях линий (рис. 5, в) не наблюдается четких минимумов и максимумов, как, например, на рис. 4, б, анализировать их сложно и определить прецизионно параметр кристаллической решетки невозможно. В этой связи задачу решали методом рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения в режиме ТКС.

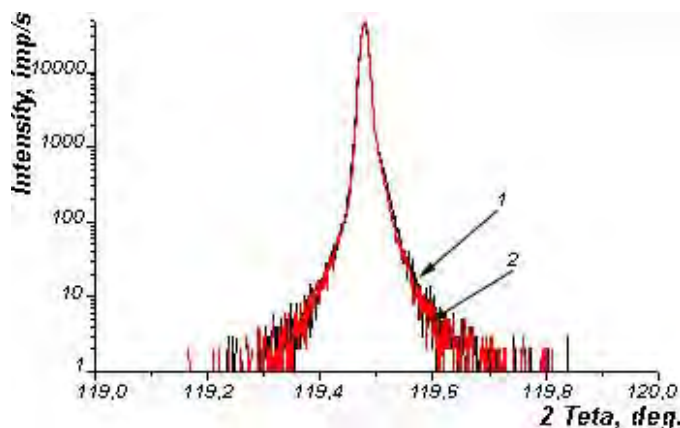


Рис. 6. 2Teta–omega кривые дифракционного отражения рефлекса (004) с высоким разрешением (в режиме ТКС): 1 – $\phi = 0^\circ$; 2 – $\phi = 180^\circ$

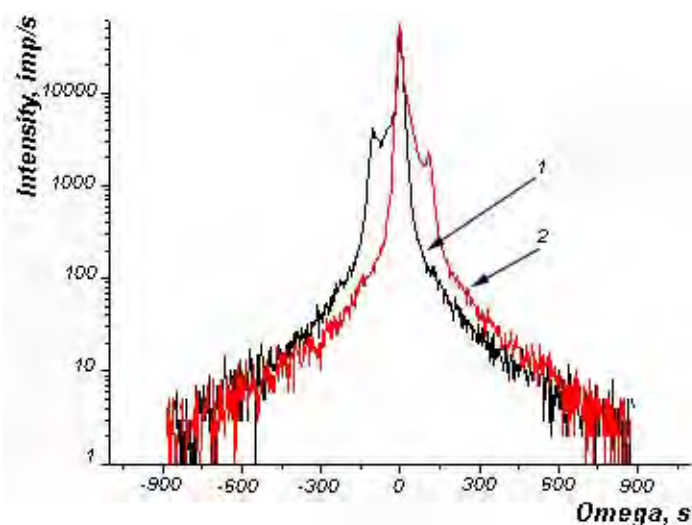


Рис. 7. 2Teta–omega кривые дифракционного отражения, снятые в режиме ТКС при вращении образца на 180° : 1 – $\phi = 0^\circ$; 2 – $\phi = 180^\circ$

Были сняты 2Teta–omega кривые дифракционного отражения рефлекса (004) с высоким разрешением, полуширина которых составляет 55,2 и 52,8 угловых секунд (рис. 6). На основании полученных экспериментальных данных рассчитали параметр a кристаллической решетки подложки, который составил 0,35672 нм. Установили также, что разориентация поверхности подложки относительно плоскости (001) составляет около 4° , что видимо, связано с технологией полирования подложки.

Дополнительных пиков на 2Teta–omega кривых не наблюдалось, что свидетельствует об одинаковых значениях параметра a решетки подложки и осажденного слоя.

На 2Teta–omega кривых дифракционного отражения, снятых в режиме ТКС, наблюдался дополнительный пик, который при вращении образца на 180° появляется по разные стороны пика подложки (рис. 7).

Полученный результат свидетельствует о разориентации эпитаксиального слоя относительно подложки, составляющей 107 с. О разориентированности плоскостей эпитаксиального слоя относительно подложки алмаза свидетельствует

также карта обратного пространства (рис. 8).

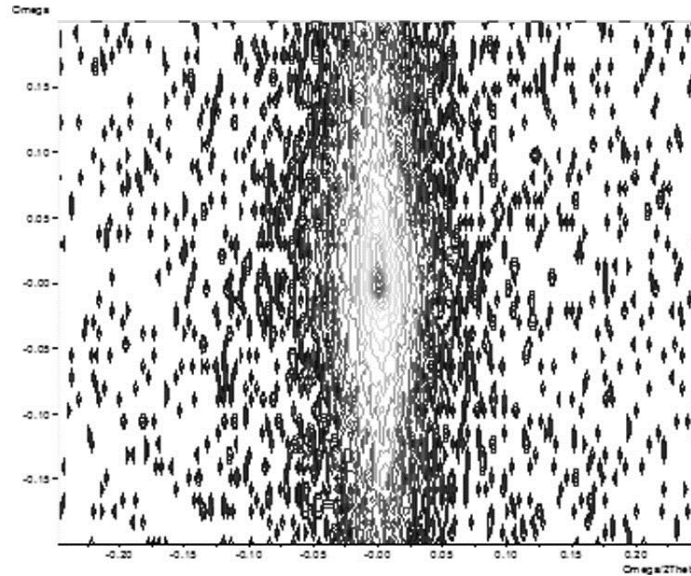


Рис. 8. Карта обратного пространства рефлекса (001)

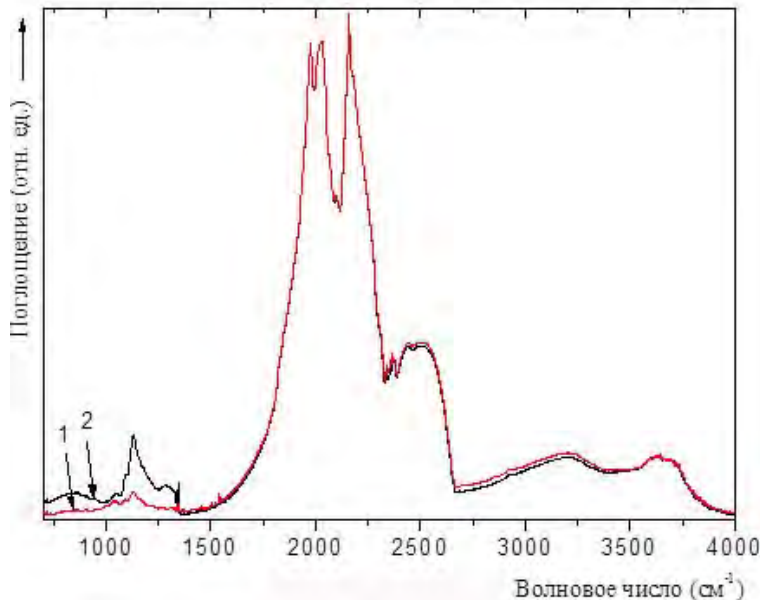


Рис. 9. Спектры ИК-поглощения в локальных областях образца: 1 – центральной; 2 – периферийной

виде атомов замещения в кристаллической решетке – так называемых центрах С по общепринятой классификации. Концентрацию азота в С-форме N_C рассчитали с использованием коэффициента поглощения исследуемого образца при 1135 см^{-1} :

$$N_C = k\alpha_{1135},$$

где k – коэффициент пропорциональности, который может иметь значение от $0,7 \times 10^{18}$ до $4,4 \times 10^{18}\text{ см}^{-2}$ [12–15], α_{1135} – коэффициент поглощения полосы при 1135 см^{-1} .

Значение k , взятое как среднее арифметическое из приведенных литературных данных, составляет величину равную 1,9 и сравнимо с величиной k , определенной для синтетических алмазов [13]. По данным, полученным из локальных ИК-спектров с учетом реальных толщин алмазных слоев, рассчитано, что общая концентрация азота соответственно составляет $3,8 \times 10^{18}\text{ см}^{-3}$ в периферийной части и $1,1 \times 10^{18}\text{ см}^{-3}$ в центральной.

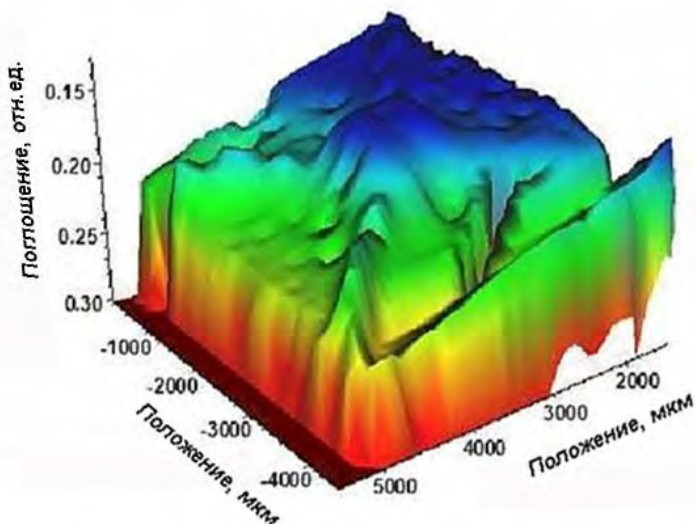


Рис. 10. Результат спектрального картографирования полосы при 1135 см^{-1}

Показанный на рис. 10 трехмерный результат спектрального картографирования, полученный на основании проведенных расчетов локальных концентраций азота в исследуемом алмазном образце, имеет следующую интерпретацию. В рассматриваемом случае для трехмерной системы координат координаты X и Y представляют собой реальные пространственные координаты образца; по оси Z представлена интенсивность поглощения характеристической полосы при 1135 см^{-1} .

Таким образом, полученные результаты спектрального

картографирования представляют собой двухмерное распределение примесного азота в C -форме по исследуемому образцу. Исходя из технологических соображений, представляется разумным, что весь азот находится в синтетическом алмазе статического синтеза, использованном в качестве подложки для выращивания CVD-методом эпитаксиального алмазного слоя, который не имеет полос поглощения в однофононной области и с большой долей вероятности относится к чистому алмазному типу IIa. Результаты измерения ИК-поглощения в отделенных от подложки CVD-слоях, выращенных в аналогичных условиях, показали, что концентрация примесного азота в них может составлять менее $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-3}$ [16]. Минимум поглощения в центральной зоне подложки обусловлен наличием секторов роста в ней, причем центральная область соответствует сектору (100), который абсорбирует минимальное количество примесного азота.

Спектры фотолюминесценции и комбинационного рассеяния света показаны на рис. 11 и 12. Регистрировали спектры КРС и ФЛ в трех реперных точках образца (точки 1–3 на рис. 11). Для сравнения спектры КРС в опорных точках измеряли также со стороны подложки исследуемого образца.

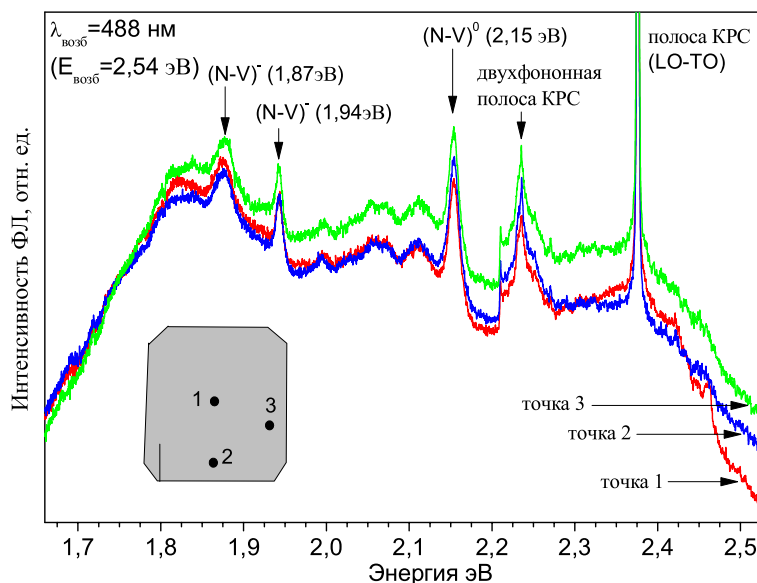


Рис. 11. Спектры ФЛ, измеренные в опорных точках исследуемого образца при $T = 300 \text{ K}$

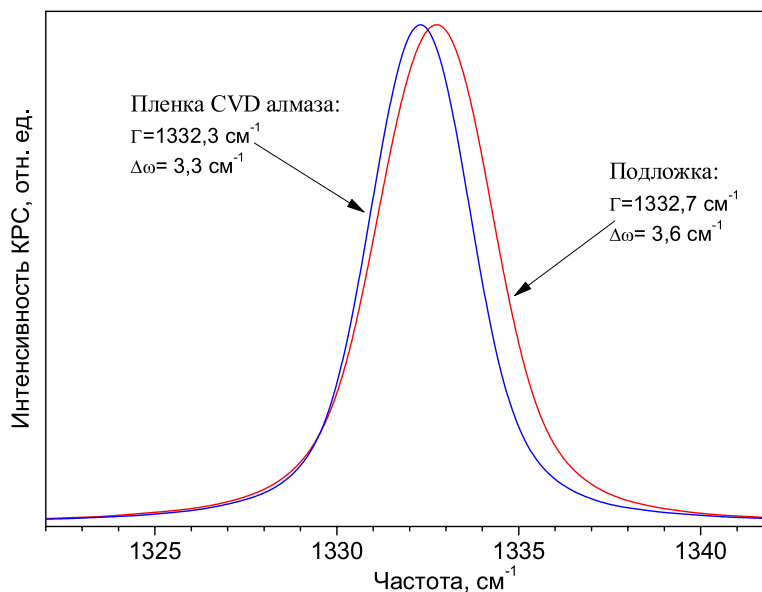


Рис. 12. Спектры КРС, измеренные со стороны CVD-пленки и подложки исследуемого образца ($\lambda_{\text{возб}} = 488,0 \text{ нм}$; $T = 300 \text{ K}$)

Как следует из рис. 11, в спектрах ФЛ кроме широкого обусловленного дефектами люминесцентного излучения в области 1,6–2,5 эВ наблюдаются также узкие полосы при 1,87; 1,94 и 2,15 эВ, соответствующие излучению вакансионных центров азота с различным зарядовым состоянием $(\text{NV})^0$ и $(\text{NV})^-$ [17–19]. Почти одинаковая интенсивность наблюдаемых полос в разных реперных точках образца свидетельствует об однородном распределении флюорисцентных NV-дефектных центров в исследуемой пленке. Полосы с энергиями 2,37 эВ (1332 см^{-1}) и 2,23 эВ (2460 см^{-1}) на рис. 11 соответствуют фоновым линиям КРС первого порядка, обусловленным рассеянием на LO–TO фононах и неупругим рассеянием второго порядка.

В результате анализа спектров КРС исследуемой CVD-пленки (см. рис. 12) установили, что частотное положение и полуширина полосы LO–TO колебаний почти одинакова для всех реперных точек исследуемого образца и составляет соответственно $1332,3$ и $3,3 \text{ см}^{-1}$, что свидетельствует о структурной однородности исследуемой пленки. При измерении со стороны подложки положение LO–TO полосы составляло $1332,7 \text{ см}^{-1}$, а ее полуширина $3,6 \text{ см}^{-1}$. Как видим, полуширина фоновой полосы для CVD-пленки оказалась меньшей, чем для подложки, что свидетельствует о ее более высоком кристаллическом совершенстве. Отличие частотного положения фоновой полосы LO–TO колебаний указывает на различие деформационного состояния подложки и CVD-пленки.

Измерения твердости по Виккерсу образца дали следующие результаты: твердость подложки составляет $87,4 \pm 1,5 \text{ ГПа}$, монокристаллического эпитаксиального слоя – $92,7 \pm 1,5 \text{ ГПа}$.

Выводы

1. На основании экспериментальных данных, полученных с использованием трехкристального спектрометра, рассчитан параметр a кристаллической решетки подложки, равный $0,35672 \text{ нм}$, и показано, что он имеет одинаковое значение для эпитаксиального слоя и подложки.

2. Анализ 2Theta-omega кривых дифракционного отражения, снятых в режиме ТКС, и карты обратного пространства свидетельствуют о разориентации эпитаксиального слоя относительно подложки, составляющей 107 с .

3. Нарощенный монокристаллический алмазный слой имеет более напряженную кристаллическую структуру, о чем свидетельствуют размытые линии Кикучи.

4. Анализ спектров КРС указывает на структурную однородность эпитаксиального слоя, а данные фотолюминесценции – об однородном распределении флюоресцентных NV-дефектных центров в исследуемой пленке.

5. Твердость эпитаксиального слоя превышает твердость подложки.

Авторы выражают благодарность докторам физико-математических наук И. М. Фодчуку и В. Т. Кладко за помощь, оказанную соответственно в получении профилей линий Кикучи и при использовании трехкристальной спектрометрии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 10-08-01256-а; №12-08-90431-Укр_а), Министерства образования и науки РФ (госконтракт № 16.513.11.3081) и Национальной академии наук Украины (проект № 29-08-12).

Наведено особливості розробленої в Центрі природничо-наукових досліджень Інституту загальної фізики ім. А. М. Прохорова РАН технології одержання, структура та властивості монокристалічного CVD-алмазу, вирощеного на підкладці із синтетичного алмазу.

Ключові слова: монокристал, CVD-алмаз, осадження, фотолюмінесценція, інфрачервона спектроскопія, лінії Кікучі, комбінаційне розсіювання світла, твердість

Are presented especially technology of designed at the Center for Natural Science Research A.M. Prokhorov Institute of General Physics, Russian Academy of Sciences, the structure and properties of single crystal CVD diamond grown on a substrate made of synthetic diamond.

Key words: crystal, CVD-diamond deposition, photoluminescence, infrared spectroscopy, Kikuchi lines, Raman scattering, the hardness

Литература

1. Dischler B., Wild C. Low-Pressure Synthetic Diamond: Manufacturing and Applications. – Berlin: Springer, 1998. – 384 p.
2. High crystalline quality single crystal chemical vapour deposition diamond / P. M. Martineau, M. P. Gaukroger, K. B. Guy et al. // J. Phys.: Condens. Matter. – 2009. – **21**. – N 36. – Doi:10.1088/0953-8984/21/36/364205.
3. Ральченко В. Г., Конов В. И., CVD-алмазы: применение в электронике // Электроника: Наука, технологии, бизнес – 2007. – № 4. – С. 58–67.
4. Ultrahard diamond single crystals from chemical vapor deposition / C. Yan, H. Mao, W. Li, et al. // Phys. stat. sol. (a). – 2004 – **201**. – N 4. – P. R25–R27.
5. Linares R., Doering P., Linares B. CVD grown diamond – 2010 // The Southern African Institute of Mining and Metallurgy. Diamonds – Source to Use 2010 [Электронный ресурс] – <http://www.google.com.ua/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&sqi=2&ved=0CF4QFjAA&url=http%3A%2F%2Fwww.saimm.co.za%2FConferences%2FDiamondsSourceToUse2010%2F313-Linares.pdf&ei=DKDpT67SB4KG-wawwP37Dg&usq=AFQjCNENWsOIw6kWhBQ0nhZ7KDOI3DT-RA&sig2=UYynLegk9OgLSGgRqbqaSQ>.
6. Исследование свойств монокристаллического алмаза, выращенного из газовой фазы на подложках из природного алмаза / А. А. Алтухов, А. Л. Вихарев, А. М. Горбачёв // Физика и техника полупроводников. – 2011. – **45**. – № 3. – С. 403–407.
7. Hemley R. J. Single-Crystal Diamond: New Developments and Applications [Электронный ресурс] – https://www.gl.ciw.edu/static/users/rhemley/Hemley_AIRAPT_2011.pdf.
8. Синтез монокристаллов алмаза в СВЧ плазме / А. П. Большаков, В. Г. Ральченко, А. В. Польский и др. // Прикладная физика. – 2011. – № 6. – С. 104–110.

9. Williams D. B., Carter C. B. Transmission Electron Microscopy. V. 3. – N. Y.: Plenum Press, 1996. – 201 p.
10. Определение структурной неоднородности кристаллов искусственных алмазов методом Кикучи-дифракции / М. Д. Борча, С. В. Баловсяк, Я. Д. Гарабазив и др. // Металлофизика и новейшие технологии. – 2009. – **31**. – № 7. – С. 911–925.
11. Глазов В. М., Вигдорович В. Н. Микротвердость металлов и полупроводников. – М.: Металлургия, 1969. – 248 с.
12. Клюев Ю.А., Непша В.И., Безруков Г.Н. Инфракрасные спектры синтетических алмазов // Алмазы. – 1972. – Вып. 5. – С. 5–10.
13. Начальная Т.А., Подзярей Г.А., Прихна А.И. и др. Спектроскопические исследования поликристаллов, спеченных из алмазных микропорошков // Сверхтвердые материалы. – 1981. – № 3. – С. 23–27.
14. О состоянии примесного азота в искусственном алмазе / Е. В. Соболев, Ю. А. Литвин, Н. Д. Самсоненко и др. // ФТТ. – 1968. – **10**. – №7. – С. 2266–2268.
15. Chrenko R. M., Strong H. M., Tuft R. E. Dispersed paramagnetic nitrogen content in large laboratory diamond // Phil. Mag. – 1971. – **23**. – N 182. – P. 313–318.
16. Выращивание эпитаксиальных алмазных плёнок и кристаллов в микроволновой плазме / А. П. Большаков, В. Г. Ральченко, А. В. Польский и др. // Рос. хим. журн. – 2012. – № 1–2 (в печати).
17. Iakoubovskii K., Adriaenssens G J and Nesladek M. Photochromism of vacancy-related centres in diamond // J. Phys.: Condens. Matter. – 2000. – N 12. – P. 189–199.
18. Characterization of nitrogen doped chemical vapor deposited single crystal diamond before and after high pressure, high temperature annealing / S. J. Charles, J. E. Butler, B. N. Feygelson et al. // Phys. Stat. Sol. (a) – 2004. – **201**. – N 11. – P. 2473–2485.
19. Microwave plasma-assisted photoluminescence enhancement in nitrogen-doped ultrananocrystalline diamond film / Yu Lin Liu, Kien Wen Sun, Yi Jie Lin et. al. // Aip Advances. – 2012. – 2, 022145. – Doi: 10.1063/1.4727743.

Поступила 15.06.12

УДК 621.9:621.762-539.27

M. Szutkowska, Prof. Ph. D., D. Sc.; **M. Rozmus**, Ph. D.; **P. Figiel**, Ph. D.;
L. Jaworska, Prof. Ph. D., D. Sc.

Institute of Advanced Manufacturing Technology, Krakow, Poland

MECHANICAL PROPERTIES OF DIAMOND–TiB₂ COMPOSITES

The presented paper characterizes the basic mechanical and physical properties of sintered diamond-titanium diboride (submicro) and diamond-titanium diboride (nano) composites. The effect of reduction of powder size from the submicron scale to the nano scale of the ceramic bonding phase (TiB₂) in diamond composites on selected mechanical properties (Young's modulus, Vickers hardness, fracture toughness, coefficient of friction) has been reported. Composites were prepared from initial powders of diamond (MDA36, Element Six) with addition of 10 mass % submicron TiB₂ (H.C. Starck F) and 10 mass % nanopowder TiB₂ (American Elements). Compacts were sintered at pressure 8±0,5 GPa and 2233±50 K using the high pressure-high temperature Bridgman type apparatus. These investigations allow the possibility of using this materials to be enhanced as ceramic tool materials, in particular as burnishing tools.

Key words: diamond composite, TiB₂ bonding phase, HP-HT sintering, fracture toughness, Vickers hardness.