

## 4-3 用化学气相沉积法生长金刚石膜（教案）

### 实验的目的要求：

1. 了解用热丝化学气相沉积法(heat filament chemical vapor deposition 简称为 HFCVD) 生长金刚石膜的原理。
2. 实际动手制备金刚石膜。

### 教学内容：

1. 画出化学气相沉积法生长金刚石膜设备的全部原理图
2. 选取正确的配气方法,使得  $H_2$ ,  $CH_4$  和  $Ar$  三种气体混合后的总压强在 4-6 千帕的条件下,在不同粗糙度的 Si 衬底表面上生长金刚石膜。
3. 通过观察不同粗糙度分析 Si 衬底表面上生长出金刚石膜的形貌像讨论为什么粗糙度大的衬底上金刚石膜厚,并对之作出解释。

### 实验过程中可能涉及的问题：

1. 氢原子在用化学气相沉积法生长金刚石膜过程中的作用。相比与你所知道的制备金刚石膜的方法,热丝法制备金刚石膜的优缺点是什么?(优点:膜质量较好,通过加电场可以提高生长速率,改进质量,设备简单便宜;缺点生长的金刚石样品价格高,生长率低,原料浪费大)
2. 氢气和甲烷是易燃易爆的气体.应当存放在单独的气室中。
3. 分解甲烷的作用是提供碳原子,作为制备金刚石所需的碳原料。分解温度是  $1200^{\circ}C$ 。甲烷的分解是吸热反应,不是放热反应。
4. 高压钢瓶上连接的减压阀的使用要求:在减压阀的高压表和低压表处于断开的状态下,才可以打开气瓶的阀门。这时高压表显示的压强值是气瓶内的气体压强值,一般是 150 个大气压到 5 个大气压。当压强低于 5 个大气压后,应更换新的充满气体的钢瓶。气瓶中的气体不能全部用完之后换气,否则空气就会进入气瓶,将之污染。
5. 实验中要用质量流量计,控制气路中的气体流量,不能用浮子流量计是因为浮子流量计对气路中的压强的变化非常敏感,难于控制气路中的气体流量处于恒定状态,也就无法保证实验条件的恒定。质量流量计可以做到无论气路中压强如何变化,流经它的气体流量可以一直保持恒定状态,可保证实验条件的稳定,实验工作的正常进行。
6. 质量流量计显示屏上的关闭,阀控和清洗的作用:关闭用于切断气路;阀控用于控制气路中的流量;清洗用于清洗通过抽真空的方法清洗气路中被污染了的气体。
7. 通过哪个阀门向真空钟罩内充气?使用时要注意什么?
8. 针阀的作用。用于钟罩内的气体压强达到实验要求后可以使的进入钟罩和出去的气量相等,保持钟罩内有一个恒定的工作压强值。
9. 不抽真空可以用热丝法制备金刚石膜吗?不能。否则会使钨加热灯丝氧化。
10. 如何制备加热分解甲烷用的钨灯丝?利用木螺钉,让钨丝在木螺钉上沿螺纹盘绕即可。如果钨灯丝的螺距不等,会使灯丝发热不均匀,从而三片衬底处于不同的制备条件,失去同样条件下不同衬底生长的金刚石膜的比较作用。
11. 如何清洁钨灯丝的表面?高温加热处理。
12. 高温清洁完钨灯丝后能够马上向真空钟罩内充气吗?不能,否则钨丝会氧化。
13. Si 衬底的尺寸取多大合适?过大有何影响?硅衬底的尺寸为 3 毫米宽,6 毫米长较合适。因为钨灯丝长约 10 毫米,为保证同样的生长金刚石膜的条件,应该让三片衬底都能够处于钨灯丝之下为好。

14. 为什么三片衬底要放在一起镀膜，可否三片膜分三次分别镀？这样有何问题？保证不同衬底处于相同条件下。
15. Si 衬底被用手磨得十分粗糙后，在微观上会有什么变化？这个变化起到什么作用？表面变得十分粗糙，利于金刚石膜生长得更厚。
16. 为什么要将 Si 衬底用两面胶黏在样品台上？保证调节混合气体流量时，衬底不会被吹跑。两面胶的存在会影响金刚石膜的制备吗？不影响。因为两面胶条受高热后变为了碳灰。
17. 能够一边向真空钟罩内充气，一边对钨灯丝加入电流吗？不能，钨灯丝会氧化。
18. 为什么要用低压大电流加热钨灯丝，不用通常的交流 220 伏电压？钨灯丝的直径较粗，电阻很小，需用大电流，一般电源提供 50 安培以上电流时，整个线路的价格会高。
19. 在钨灯丝处于加热的状况下能够改变  $H_2$ 、 $CH_4$  和 Ar 三种气体的流量，改变后会影响到衬底位置的稳定，影响镀膜条件，严重时会把衬底吹跑。
20. 想一想一个发光体的温度在  $1000^\circ\text{C}$  以上时，你直接用眼睛看它时眼睛会有什么感觉？制备金刚石膜的时候能直接用眼睛观察吗？
21. 得到的三片金刚石膜中哪一片上的膜最厚，哪一片最薄？从中得到什么启示？如果让你制备一片薄膜，应该选用什么样的衬底？
22. 什么是热壁效应？如何消除热壁效应的影响？

#### 可进一步探索的问题：

1. 改变  $H_2$ 、 $CH_4$  和 Ar 三种气体的分压比，观察它对成膜的影响。
2. 改变  $H_2$ 、 $CH_4$  和 Ar 混合气体的总压强，观察它对成膜的影响。
3. 在扫描电镜允许的条件下，对制备好的三种金刚石膜进行他们在高放大倍数下的表面和断面形貌像观察。

#### 参考文献

- a) 几种新型薄膜材料，吴锦雷，吴全德主编，北京大学出版社（1999）。