

Г. А. ГОВОР, В. М. ДОБРЯНСКИЙ,
А. А. ЛЕУСЕНКО, Г. М. ЧОБОТ

ТЕРМОСТОЙКОСТЬ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА МАРКИ «СВЕТЛАНІТ»

The characteristic intervals of temperatures at which a loss of mass due to the deterioration of thermo-resistance of the material is observed has been determined. It is established that the thermo-resistance of CBN mk «Svetlanit» is preserved up to 1300 K.

Метод прямого (без специального введения катализаторов-растворителей) превращения графитоподобного нитрида бора в кубическую модификацию нитрида бора (КНБ) при давлениях 4,0—9,0 ГПа и температурах 2000—3000 К [1, 2] позволяет получить поликристаллы КНБ с повышенными физико-механическими свойствами. При этом установлено, что зернистость, чистота, степень совершенства кристаллической структуры исходного нитрида бора существенно влияют на скорость превращения и свойства синтезированных поликристаллов [2—4]. Для исключения отрицательного влияния на свойства поликристаллов КНБ присутствия в порошке графитоподобного нитрида бора воды, оксида бора и адсорбированных газов спрессованные заготовки (по форме и размерам равные реакционному объему камеры высокого давления) подвергались отжигу в вакуумной печи при остаточном давлении не более $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па и температуре порядка 1500 К. После отжига вакуумная печь заполнялась азотом химической чистоты, что исключало проникновение в объем заготовки влаги в процессе дальнейшей подготовки к синтезу. Для получения высокочистых поликристаллов КНБ также использовался пиролитический нитрид бора (ПНБ), являющийся высокочистым монокристаллическим материалом.

Термобарическая обработка высокочистых исходных материалов с соблюдением специальных мер, исключающих попадание примесей из контейнера и графитового нагревателя в процессе синтеза, производилась в аппаратах высокого давления типа наковален с лункой «елочка» [5]. Получаемый в этих условиях высокочистый поликристаллический кубический нитрид бора имеет товарный знак «Светланіт» и обладает уникальными физико-механическими и режущими свойствами [2, с. 109]: модули упругости $E_{\text{пар}} = 680—800$ ГПа вдоль оси образца и перпендикулярно ей $E_{\text{перп}} = 840—920$ ГПа; теплопроводность $\lambda_{\text{пар}} = 150$ Вт/м·К; $\lambda_{\text{перп}} = 280$ Вт/м·К; пьезомодули $d_{\text{пар}} = -(0,5—5) \cdot 10^{-13}$ Кл/Н; удельное электросопротивление $10^{11}—10^{16}$ Ом·м; диэлектрическая проницаемость 6,9 на частоте 1 кГц; тангенс диэлектрических потерь $3,55 \cdot 10^{-4}$ на частоте 3 кГц; полосы поглощения ИК спектра лежат в области волновых чисел 580 см^{-1} , 1000—1300 см^{-1} , 1600—2200 см^{-1} .

Исследование термостойкости КНБ марки «Светланіт» проводили с помощью прибора «Дериватограф» производства ВНР. Исследовалась термогравиметрия (ТГ), дифференциальный термический анализ (ДТА) в диапазоне температур от комнатной до 1800 К при линейном законе изменения температуры. Нагрев осуществлялся со скоростью 7,5 К/мин как в воздушной стационарной атмосфере, так и в гелиевой динамической атмосфере.

На рис. 1 представлены зависимости температуры навески КНБ марки «Светланіт» (кривая 1), потери массы навески в зависимости от времени измерения в воздушной стационарной атмосфере (кривая 2) и в гелиевой динамической атмосфере (кривая 3). Как следует из рисунка, имеют место две температурные области, в которых наблюдается потеря массы навески в воздушной стационарной атмосфере, первоначальная величина которой равнялась 600 мг. В первой области температур (300—900 °С) происходит плавное уменьшение массы навески с постоянной скоростью порядка 0,01 мг/мин, что соответствует общей потере массы (4,5 мг) на этом температурном участке. В области температур (900—1150 °С) наблюдается резкое понижение массы навески. В этом температурном интервале абсолютное уменьшение массы равно 19 мг.

Таким образом, общая потеря массы в диапазоне температур (300—1150 °С) равна 23,5 мг, что составляет 3,9 % от первоначальной массы навески. Причем в первом температурном интервале испаряется 0,8 %, а во втором 3,1 % от общей массы навески.

В гелиевой динамической атмосфере величина массы навески перед

началом измерения равнялась 500 мг. Как следует из рис. 1 (кривая 3), в данном случае также имеют место две температурные области, в которых наблюдается потеря массы навески. На первом участке температуры 300—900 °С теряется 2,5 мг навески, что составляет 0,6 % от ее общей массы. В области температур 900—1150 °С наблюдается резкое уменьшение массы навески, при этом ее абсолютное уменьшение составляет 9 мг (1,8 % от общей массы).

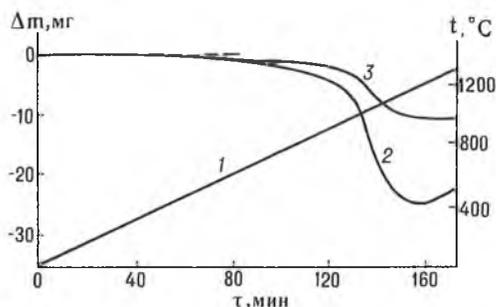


Рис. 1. 1 — зависимость температуры навески кубического нитрида бора марки «Светланит»; 2 — потери массы навески от времени измерения в воздушной стационарной атмосфере; 3 — в гелиевой динамической атмосфере

При проведении исследований в воздушной атмосфере в диапазоне температур 300—1150 °С теряется несколько большая масса (3,9 %), чем в гелиевой атмосфере (2,4 %). Сравнение кривых 2 и 3 на рис. 1 показывает, что в области температур 850—1200 °С наблюдается принципиальное отличие в поведении кривых. Исследования в гелиевой динамической атмосфере при температуре выше 1200 °С изменений массы навески практически не выявили, в то время как в воздушной атмосфере при температурах выше 1200 °С наблюдается некоторое увеличение массы навески, что связано, по всей видимости, с окислением исследуемого материала.

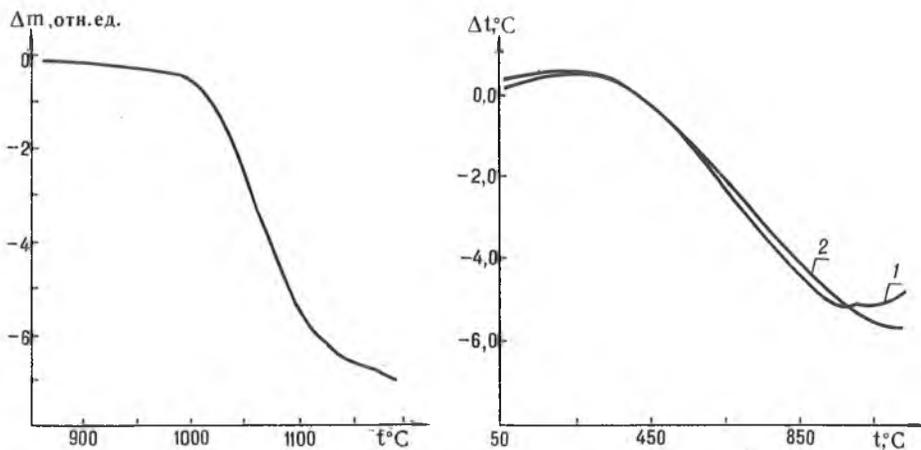


Рис. 2. Зависимость потери массы (в относительных единицах) от температуры навески кубического нитрида бора марки «Светланит» при скорости нагрева 15 С/мин

Рис. 3. Результаты исследований ДТА кубического нитрида бора марки «Светланит» при скорости нагрева:
1 — 10 С/мин, 2 — 5 С/мин

Скорость нагрева навески КНБ марки «Светланит» практически не влияет на величину температурного интервала, соответствующего резкой потере массы навески. На рис. 2 представлена зависимость потери массы (в относительных единицах) от температуры навески в диапазоне

850—1200 °С при скорости нагрева 15 С/мин. Из рис. 1 и 2 легко заметить, что температурные области, соответствующие резкому уменьшению массы навески, практически совпадают.

Таким образом, результаты проведенных исследований термогравиметрии свидетельствуют о том, что термостойкость кубического нитрида бора марки «Светланит» нарушается при температурах выше 900 °С. При исследовании дифференциального термического анализа (ДТА) изменение температуры в печи нагрева осуществляли в линейном режиме со скоростью 5 и 10 С/мин. Измерение температуры при ДТА проводили традиционным способом при помощи Pt—Pt—Rh термопар в воздушной стационарной атмосфере. В качестве инертного материала использовали окись алюминия.

На рис. 3 представлены результаты исследования ДТА порошкообразных навесок кубического нитрида бора марки «Светланит» в диапазоне температур 50—1200 °С при скоростях нагрева 5 С/мин (кривая 2) и 10 С/мин (кривая 1). Как следует из рис. 3, в диапазоне температур от комнатной до 300 °С разница температур исследуемого и инертного материалов практически не изменяется. Однако, начиная с температуры 300 °С и до 900 °С, наблюдается практически линейное увеличение разности температур. Следует отметить, что этот температурный диапазон хорошо коррелирует с первым температурным интервалом, соответствующим уменьшению массы навески КНБ (см. рис. 1).

Таким образом, исследования термогравиметрии, ДТА в различных средах показали, что термостойкость КНБ марки «Светланит» сохраняется до температуры 1300 К. При более высокой температуре интенфицируется обратный процесс превращения КНБ в его графитоподобную модификацию.

1. А. с. 286743 СССР. В 23В27/16. Способ получения кубического нитрида бора.
2. Мазуренко А. М., Ракицкий Э. Б. и др. Техника и технологии высоких давлений. Мн., 1990. С. 189.
3. Бойко Б. Б., Мазуренко А. М., Леусенко А. А. Сверхтвердые материалы. Киев, 1981. Т. 1. С. 16.
4. Мазуренко А. М., Леусенко А. А. и др. // Синтетические алмазы. 1982. № 2. С. 11.
5. А. с. 1417253 СССР. В 0113/06. Устройство для создания сверхвысокого давления.

Поступила в редакцию 03.10.94.

УДК 621.396.181.48

А. А. ЛАБУДА, А. А. СИДЕРКО

ДЕФЕКТНОСТЬ СЛОЕВ БОРОФOSFOSИЛИКАТНОГО СТЕКЛА, ОСАЖДЕННОГО ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

The conditions of defect formation in the layers of borophosphosilicate glass in the process of planarization have been determined, their classification has been performed and the processing regimes for their minimization have been determined.

Слои борофосфоросиликатного стекла (БФСС) являются перспективным материалом межуровневой изоляции интегральных микросхем (ИМС), так как позволяют производить планаризацию поверхности приборов при более низких температурах, чем в случае использования фосфоросиликатного стекла (ФСС) [1, 4]. Однако в технологическом процессе при использовании этого материала на обрабатываемой поверхности появляется ряд неконтролируемых дефектов в виде иородных включений, трещин и др., что приводит к увеличению брака и снижению процента выхода годных изделий. Поэтому выявление причин и закономерностей дефектообразования в БФСС имеет практическое значение для технологии производства ИМС. Данная проблема рассматривалась в [1, 2] для стекол, полученных методами окисления гидридов при температуре 440 °С и пиролизом элементоорганических соединений [3]. В настоящей работе обобщены исследования по дефектообразованию в слоях БФСС блока технологических операций: осаждение БФСС — химическая обработка — оплавление.