

04;05;10

Применение сводящегося в пятно трубчатого пучка электронов для получения пленок фуллеренов электронным испарением в вакууме

© А.П. Семенов, И.А. Семенова, Н.В. Булина, А.С. Крылов,
Г.Н. Чурилов, А.А. Семенова

Отдел физических проблем при президиуме Бурятского научного центра
СО РАН, Улан-Удэ

E-mail: semenov@pres.bsc.buryatia.ru

Институт физики им. Л. Киренского СО РАН, Красноярск

Поступило в Редакцию 20 июля 2005 г.

Рассмотрено применение трубчатого пучка электронов для эффективного испарения фуллереновой смеси в вакууме $\sim 10^{-2}$ Па. При сведении за время 0.1–1 с такого пучка электронов мощностью ~ 1 kW в пятно обеспечивается взрывное испарение фуллеренов при предельно высокой эффективности нагрева. Сравнительный анализ спектров комбинационного рассеяния и электронных спектров поглощения исходного порошка фуллереновой смеси и сформированных фуллереновых пленок показал, что испарение фуллеренов C_{60} и C_{70} происходит без разрыва C–C ковалентных связей. Показано нанесение пленок фуллеренов на поверхности ~ 0.1 m².

Среди известных способов получения пленок фуллеренов термическим испарением в вакууме [1–3] недостаточно изученным выглядит испарение порошка фуллеренов пучком ускоренных электронов. При этом видится возможность проявления характерной особенности быстрого воздействия интенсивного пучка электронов, которая состоит во взрывном распылении порошка и при котором молекулы фуллеренов при испарении могут сохранить C–C ковалентную связь. Кроме того, электронным испарением упрощается нанесение пленок на поверхности > 1 m², так как электронными пучками достигаются предельно высокие удельные плотности мощности $> 10^9$ W/m².

Ниже описывается новая методика испарения фуллеренов в вакууме применительно к нанесению пленок фуллеренов. Синтез исходной фул-

лереновой смеси проводился в плазмохимическом реакторе дугового разряда при давлении 10^5 Па [4,5]. Из полученной сажи бензолом были выделены фуллерены. Из порошка фуллереновой смеси прессованием при давлении $32-34$ kg/cm² изготавливалась таблетка Ø20 mm и толщиной 3 mm. Фуллереновая смесь в долевом соотношении содержала 0.8 C₆₀, 0.15 C₇₀, 0.04 высших фуллеренов и 0.01 оксидов C₆₀O и C₇₀O.

Предлагаемое экспериментальное устройство импульсного испарения порошка фуллереновой смеси (рис. 1) содержит плазменный источник электронов 1 [6,7]. Электроны испускаются плазмой магнетронного разряда с полым катодом. Инициирование и непрерывное горение разряда обеспечивается электрическим напряжением источника тока 3. Электроны током 50 mA ускоряются электродом 2 при подаче электрического напряжения 20 kV от высоковольтного выпрямителя 4. Ускоренные электроны проникают в электромагнитную линзу 5, соединенную с блоком управления электронным лучом 6 [8]. На выходе электромагнитной линзы формируется трубчатый пучок электронов 7, который падает на графитовый коллектор 8, с возможностью быстрого радиального сужения и сведения кольцевой проекции пучка на поверхности коллектора в пятно диаметром 3 mm. Мощность пучка электронов 10^3 W. Электроны проецируются в виде кольца 9 с внешним диаметром 50 mm и внутренним 48 mm, коаксиально охватывая таблетку 10. Заслонкой 11 открывался доступ на подложку 12 испаряемым частицам, образующим пленку. Размеры подложки (аморфное стекло) составляли 30×30 см.

Толщину пленок измеряли микроинтерферометром Линника МИИ-4. Спектры комбинационного рассеяния регистрировали на Фурье-КР-спектрометре RFS 100/S фирмы Bruker. Возбуждение спектра производилось непрерывным Yа:Nd лазером, $\lambda = 1064$ nm, мощность 10 mW. Электронные спектры поглощения растворов фуллеренов регистрировали на двухлучевом спектрофотометре UVIKON 943.

Процесс испарения осуществлялся в вакууме $2 \cdot 10^{-2}$ Па. Сначала кольцевой отпечаток 9 электронного пучка 7 концентрировался на периферии таблетки 10, при этом заслонка 11 закрывала подложку 12 от прямого попадания испаренных частиц углерода, хотя при температуре $\sim 1.7 \cdot 10^3$ K в зоне касания ускоренными электронами графитового держателя давление паров углерода низко и составляет 10^{-8} Па [9]. Из исходного состояния (рис. 1) трубчатый пучок электронов с помощью

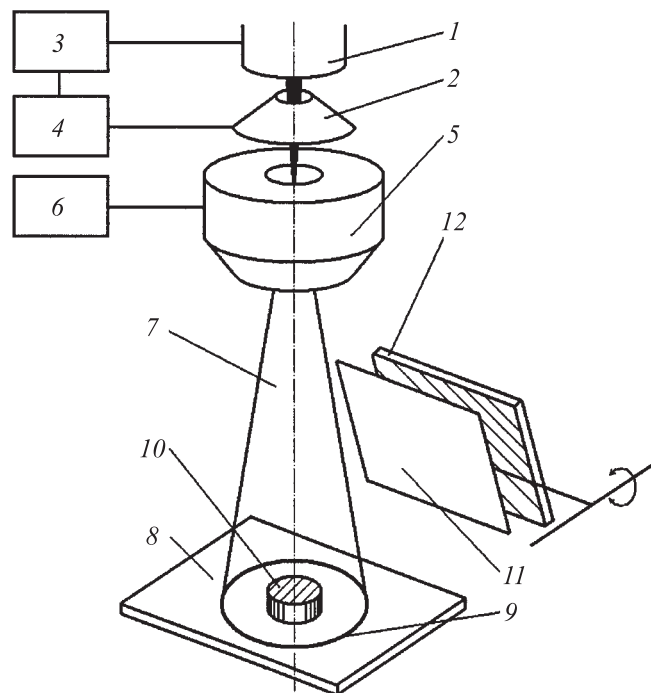


Рис. 1. Схема экспериментального устройства: 1 — плазменный источник электронов; 2 — ускоряющий электрод; 3 — источник тока разряда; 4 — высоковольтный выпрямитель; 5 — электромагнитная линза; 6 — блок управления электронным пучком; 7 — трубчатый пучок электронов; 8 — графитовый коллектор; 9 — отпечаток электронного пучка; 10 — таблетка фуллереновой смеси; 11 — заслонка; 12 — подложка.

блока управления 6 радиально сжимался, сближаясь с таблеткой. В момент касания таблетки 10 электронами одновременно по всему периметру таблетки начинается интенсивное испарение порошка фуллереновой смеси. Заслонка 11 отводится, и покидающие зону электронного перегрева частицы свободно попадают на подложку 12, где конденсируются с образованием пленки при температуре подложки 300 К. За время ~ 1 с трубчатый пучок электронов сводится к центру

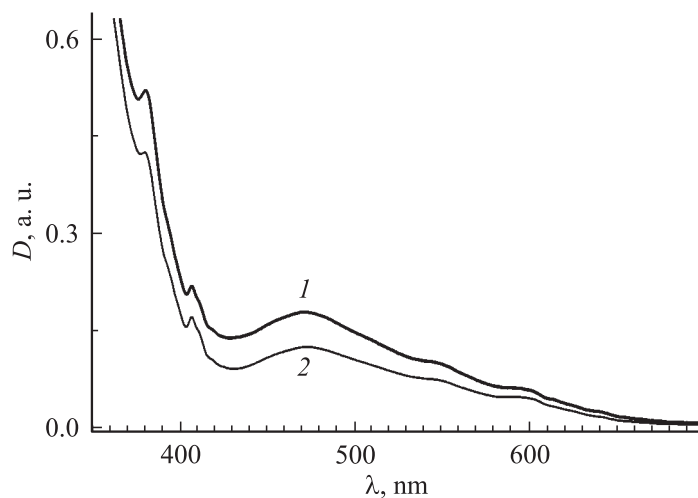


Рис. 2. Электронные спектры поглощения полученной пленки *1* и исходной смеси фуллеренов *2*.

таблетки, мгновенно испаряя таблетку. В момент сведения трубчатого пучка электронов в пятно таблетка *10* полностью расплывается и заслонка *11* переводится в исходное положение.

Пленка, полученная взрывным электронным испарением порошка фуллереновой смеси, имела толщину $1\text{--}2\ \mu\text{m}$ и характеризовалась коричневой окраской. Площадь подложки, покрытая пленкой, составила $0.1\ \text{m}^2$. Проведенные рентгеноструктурные исследования характеризуют пленки, наносимые при температуре подложки $300\ \text{K}$, как рентгеноаморфные. Кристаллическая структура проявляется у пленок, наносимых на подложку, нагретую до $393\ \text{K}$, и выдержкой свежесажденных пленок в течение $0.5\ \text{h}$ при $373\ \text{K}$ в вакууме.

Пленки, полученные по данной методике, растворяются в неполярных растворителях (рис. 2), что подтверждает тот факт, что испарение фуллеренов C_{60} и C_{70} происходит без разрыва $\text{C}\text{--}\text{C}$ ковалентных связей. В спектре комбинационного рассеяния полученной пленки наблюдаются наиболее интенсивные линии фуллеренов C_{60} ($495\ \text{cm}^{-1}$, $1468\ \text{cm}^{-1}$) и C_{70} ($271\ \text{cm}^{-1}$), а также широкие линии (рис. 3).

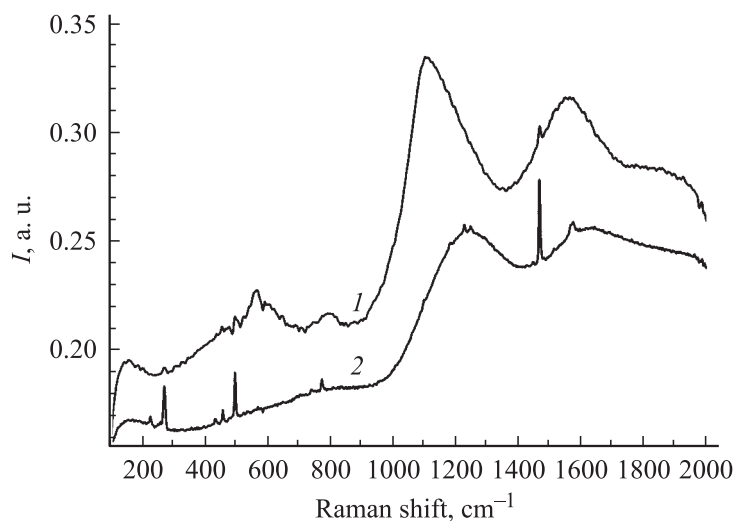


Рис. 3. Спектры комбинационного рассеяния полученной пленки 1 и исходной смеси фуллеренов 2.

Данный результат позволяет предположить, что состояние фуллеренов в пленке отличается от состояния в порошке. Вследствие малой толщины пленки большой вклад вносит связь молекул фуллерена с подложкой.

Таким образом, взрывным испарением порошка фуллереновой смеси при температурах испарения $> 1.7 \cdot 10^3$ К, существенно превышающих температуру сублимации фуллерена $(7.23-7.73) \cdot 10^2$ К, можно формировать пленки фуллеренов. Такие условия получения пленок фуллеренов впервые достигнуты при быстром сведении трубчатого пучка электронов в пятно. На выходе задействованного в эксперименте плазменного электронного источника получены пучки электронов током > 1 А, что открывает возможность нанесения пленок фуллеренов на поверхности > 1 м² благодаря увеличению мощности пучка > 20 кВт и соответственно количества испаряемого порошка.

Работа выполнена при поддержке фонда INTAS (проект № 2001–2399).

Список литературы

- [1] Сошников И.П., Лунев А.В., Гаевский М.Э. и др. // ЖТФ. 2000. Т. 70. В. 6. С. 98–101.
- [2] Козырев С.В., Роткин В.В. // ФТП. 1993. Т. 27. В. 9. С. 1409–1411.
- [3] Шпилевский Э.М., Баран Л.В., Шпилевский М.Э. // Материалы, технологии, инструменты. 1998. Т. 3. № 2. С. 105–108.
- [4] Чурилов Г.Н., Федоров А.С., Новиков П.В. // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т. 76. В. 8. С. 604–608.
- [5] Чурилов Г.Н. // ПТЭ. 2000. № 1. С. 5–15.
- [6] Семенов А.П., Семнова И.А. // Изв. вузов. Физика. 2001. № 9. С. 69–76.
- [7] Семенов А.П., Семенова И.А. // ЖТФ. 2005. Т. 75. В. 4. С. 48–52.
- [8] Григорьев Ю.В., Петров Ю.Г., Позднов В.И. // ПТЭ. 1990. № 2. С. 236–237.
- [9] Пипко А.И., Плисковский В.Я., Пенчко Е.А. Оборудование для откачки вакуумных приборов. М.: Энергия, 1965. 464 с.