

06.2;11;12

## Наноструктура и радиационная стойкость углеродных перезарядных пленок

© А.В. Васин, В.Г. Высоцкий, Л.А. Матвеева

Институт физики полупроводников НАН Украины, Киев

Поступило в Редакцию 17 февраля 1998 г.

Методом комбинационного рассеяния света анализировалась структура ближнего порядка углеродных перезарядных мишеней. Показано, что радиационная стойкость пленок сильно зависит от их наноструктуры. Обнаружено, что под воздействием пучка ионов водорода 2 MeV сажеподобные пленки значительно более долговечны, чем пленки с графитообразной наноструктурой.

Самоподдерживающиеся аморфные углеродные пленки толщиной 25–100 nm используются в перезарядных электростатических ускорителях (тандемах) для "обдирки" отрицательно заряженных ионов. В углеродных стрипперах перезарядка ионов происходит более эффективно, чем в газовых мишенях, что приводит к увеличению энергии положительных ионов на выходе ускорителя. Однако существует проблема радиационной стойкости углеродных пленок.

Считается установленным [1–4], что разрушение перезарядных пленок под воздействием пучка ионов связано с их графитизацией и образованием напряжений в зоне облучения. Обычно пленки, напыленные вакуум-термическими методами, имеют текстуру графитообразных кластеров с базисными плоскостями (002), параллельными подложке. Из-за радиационных дефектов в графитизированных областях происходит "распухание" в направлении, перпендикулярном плоскости пленки, и сжатие вдоль ее поверхности [2–4]. Это приводит к возникновению и накоплению механических напряжений в стриппере. При их реализации образуются трещины, которые делают невозможной дальнейшую работу ускорителя. Срок службы углеродных пленок может быть значительно увеличен при использовании ионно-плазменных методов осаждения [1,4]. Однако такие методы требуют сложного и дорогостоящего оборудования.

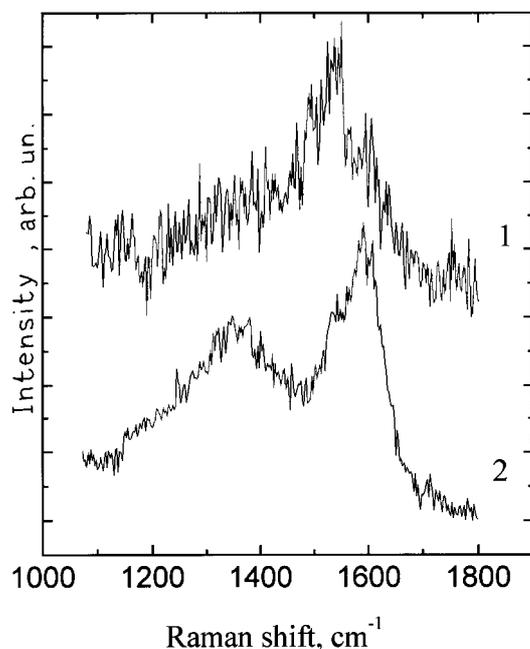
Целью данной работы являлось исследование наноструктуры и радиационной стойкости углеродных перезарядных пленок, полученных искровым методом [5]. Заостренные графитовые стержни разогревались импульсами тока величиной  $\sim 50$  А. Рабочее давление составляло  $10^{-3}$  Па. Пленки осаждались на стекло с предварительно напыленным растворимым подслоем хлористого натрия толщиной около 150 nm. Затем они отделялись от подложек в дистиллированной воде и устанавливались на медные оправки, которые помещались в перезарядный барабан ускорителя ЭГП-10 Института ядерных исследований (г. Киев). Исследовались пленки с различной дозой облучения ( $10^{16} - 10^{17}$  см $^{-2}$ ) ионами водорода с энергией 2 MeV и плотностью тока в пучке 10  $\mu$ А/см $^2$ .

Для анализа наноструктуры пленок использовался метод комбинационного рассеяния света (КРС). Спектры КРС измерялись с облученных и необлученных участков пленок, извлеченных из перезарядного барабана, на спектрофотометре ДФС-24 с ФЭУ-136 в режиме счета фотонов. Для возбуждения спектров использовалась линия аргонового лазера с длиной волны 514.5 nm.

Результаты исследований показали, что пленки, полученные вроде бы при одинаковых условиях осаждения, имеют совершенно различные спектры КРС, а влияние облучения на них существенно различно. Типичные спектры приведены на рис. 1 для пленок одного типа и на рис. 2 для пленок другого типа. Спектр КРС пленок I типа до облучения (рис. 1, кривая 1) характеризуется хорошо выраженной полосой около 1580 см $^{-1}$  и слабой, но широкой полосой в области 1350 см $^{-1}$ . После облучения дозой  $\sim 10^{16}$  см $^{-2}$  растет относительная интенсивность полосы при 1350 см $^{-1}$  и уменьшается полуширина полосы при 1580 см $^{-1}$  (рис. 1, кривая 2).

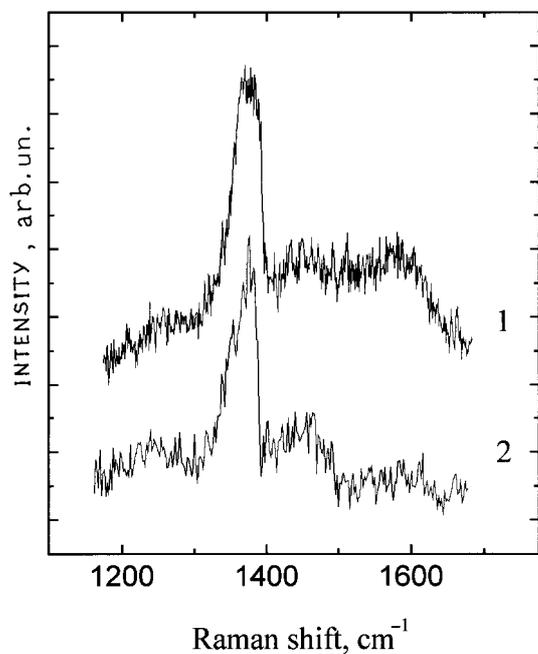
Спектр КРС необлученной области пленок типа II (рис. 2, кривая 1) состоит из интенсивной и достаточно узкой линии  $\nu = 1370$  см $^{-1}$  и двух слабых полос в области 1450 и 1580 см $^{-1}$ . Облучение таких пленок даже дозой  $10^{17}$  см $^{-1}$  не приводит к принципиальному изменению спектров (рис. 2, кривая 2), что отражает радиационную стабильность данной структуры. Для объяснения полученных результатов обратимся к литературным данным.

Спектр комбинационного рассеяния 1-го порядка упорядоченного графита представляет собой одну линию с частотой около 1580 см $^{-1}$ , так называемая G-линия ("graphitic"). В мелкокристаллическом графите с размером упорядоченных областей  $\sim 30$  nm наблюдается дополни-



**Рис. 1.** Спектры комбинационного рассеяния углеродных пленок I типа: 1 — с необлученного участка; 2 — с участка, облученного дозой  $10^{16} \text{ cm}^{-2}$ .

тельная линия в области  $1355 \text{ cm}^{-1}$ , которую принято обозначать как *D*-линия ("disordered") [6,7]. Эта полоса соответствует пику фонной плотности состояний в массивном графите на краю зоны Бриллюэна и проявляется благодаря ослаблению правила отбора для волнового вектора в разупорядоченных структурах. Отношение интенсивностей *D* и *G*-полос  $I_D/I_G$  немонотонно зависит от размера графитовых нанокристаллитов. С их уменьшением в разупорядоченном графите  $I_D/I_G$  растет, так как в процессе рассеяния растет доля фононов вдали от центра зоны Бриллюэна. Однако ниже некоторого порога ( $\leq 10 \text{ nm}$ ) относительная интенсивность *D*-полосы начинает убывать [8]. Это связывается с уменьшением фонной плотности состояний, соответствующей графитовой кристаллической решетке в сильно разупорядоченной системе. В спектрах КРС кристалла алмаза активна только линия  $\nu = 1332 \text{ cm}^{-1}$ .



**Рис. 2.** Спектр комбинационного рассеяния углеродных пленок II типа: 1 — с необлученного участка; 2 — с участка, облученного дозой  $10^{17} \text{ cm}^{-2}$ .

Наиболее интенсивными в спектрах фуллеренов  $C_{60}$  и  $C_{70}$  являются линии с частотами  $1470 \text{ cm}^{-1}$  и  $1570 \text{ cm}^{-1}$  соответственно [9,10].

Сопоставление полученных результатов с литературными данными свидетельствует о наличии в необлученных пленках I типа хорошо выраженной  $G$ -полосы и слабой  $D$ -полосы. Облучение приводит к их графитизации уже при дозе  $10^{16} \text{ cm}^{-2}$ , что проявляется в росте относительной интенсивности  $I_D/I_G$ . Подобное изменение спектров КРС наблюдалось нами после термического отжига в вакууме необлученных пленок типа I при  $800^\circ\text{C}$ .

Слабо выраженная  $G$ -линия  $1580 \text{ cm}^{-1}$  в пленках типа II говорит о низком содержании трехмерноупорядоченных графитообразных областей. Линии с частотами  $1370 \text{ cm}^{-1}$  и  $1450 \text{ cm}^{-1}$ , проявляющиеся в этих

пленках, наблюдались также в фуллеренсодержащей саже [9,10]. Однако наиболее интенсивные линии молекул  $C_{60}$  и  $C_{70}$  ( $1470\text{ cm}^{-1}$  и  $1570\text{ cm}^{-1}$ ) в наших пленках не проявились.

Наиболее поразительным является то, что даже при очень высоких дозах (на порядок больших, чем для пленок типа I) в пленках типа II не наблюдается признаков графитизации. Термический отжиг в вакууме необлученных пленок типа II при  $800^\circ\text{C}$  также не приводил к существенным изменениям спектров. Если у некоторых пленок типа I уже при дозах  $\leq 10^{16}\text{ cm}^{-2}$  наблюдалось растрескивание, то пленки типа II выдерживали дозы  $\geq 10^{17}\text{ cm}^{-2}$  без образования катастрофических трещин.

Таким образом, результаты исследования наноструктуры углеродных перезарядных пленок позволяют сделать вывод о том, что их радиационная а также термическая стойкость и, следовательно, долговечность определяются исходной наноструктурой. К сожалению, пока однозначно не установлено, какой из технологических параметров (скорость осаждения, плотность тока, ионная составляющая паровой фазы и др.) в основном определяет наноструктуру пленок. Для этого необходимо проведение дальнейших исследований в этом направлении. Однако однозначно установлено, что существует принципиальная возможность значительного повышения радиационной стойкости углеродных перезарядных пленок без привлечения сложных и дорогостоящих технологий.

## Список литературы

- [1] *Tait N.R.S.* // Nucl. Instr. and Meth. 1981. V. 184. N 1. P. 203–208.
- [2] *Dollinger G., Mier-Komor P.* // Nucl. Instr. and Meth. A. 1989. V. 282. N 1. P. 223–235.
- [3] *Dollinger G., Mier-Komor P., Mitwalsky A.* // Nucl. Instr. and Met. A. 1991. V. 303. N 1. P. 79–87.
- [4] *Dollinger G., Frey C.M., Mier-Komor P.* // Nucl. Instr. and Meth. A. 1993. V. 334. N 1. P. 167–172.
- [5] *Козерацкая Г.Н., Оношко Н.Ф., Степаненко В.А.* Мишени из бора, кремния и углерода для ядерных исследований: Препринт КИЯИ–87–50. Киев, 1987. 13 с.
- [6] *Hisao-chu Tsai, Bogy D.B.* // J. Vac. Sci. Technol. A. 1987. V. 5. N 6. P. 3287–3312.

- [7] *Tamor M.A., Haire J.A., Wu C.H. et al. // Appl. Phys. Lett. 1989. V. 54. N 2. P. 123–125.*
- [8] *Dillon R.O., Woollam J.A., Karkanant V. // Phys. Rev. B. 1984. V. 29. N 6. P. 3482–3489.*
- [9] *Bethun D.S., Meijer G., Tang W.C. et al. // Chem. Phys. Lett. 1990. V. 174. N 3–4.*
- [10] *Елецкий А.В., Смирнов Б.М. // Успехи физических наук. 1995. Т. 165. № 9. С. 977–1009.*