

УДК 535.8

Получение ориентированных тетраэдрических углеродных фуллеренов методом магнетронного распыления

С. В. Виноградов, М. А. Кононов, В. М. Кононов

Методом магнетронного распыления углерода в вакууме получены образцы пленок, состоящих из ориентированных тетраэдрических фуллеренов на стеклянной подложке с буферным слоем из нитрида циркония ZrN. Методом атомно-силовой микроскопии получены изображения тетраэдрических фуллеренов на подложке.

PACS: 68.37.Ps

Ключевые слова: магнетронное распыление, фуллерены, атомно-силовая микроскопия.

Введение

В последнее время наиболее распространенным способом получения углеродных пленок остается электродуговой. В его основе лежит процесс электродугового распыления графитового анода в атмосфере гелия. Используются также термическое и лазерное напыления [1, 2], а также метод, основанный на распаде углеродсодержащих газов над поверхностью металлического катализатора. Однако магнетронный метод распыления имеет ряд своих существенных преимуществ: высокая скорость осаждения, чистота пленок, возможность получения серий пленок с хорошо воспроизводимыми характеристиками [3].

Целью данной работы была демонстрация возможностей магнетронного метода распыления для получения образцов пленок, состоящих из ориентированных тетраэдрических фуллеренов на стеклянной подложке с буферным слоем из нитрида циркония ZrN.

Характеристики установки

В данной работе для приготовления пленок использовалась модернизированная вакуумная установка на базе ВУП-4, оснащенная магнетроном на постоянном токе. В качестве мишени использовался чистый углерод, а именно, графит марки МПГ-7.

На установке напылялись углеродные пленки на подложки из стекла с поверхностью, обрабо-

танной по оптическому классу, и подслоем ZrN (нитрид циркония). ZrN наносился в качестве буферного слоя методом магнетронного напыления при распылении циркониевой мишени в атмосфере $\text{Xe} + \text{N}_2$ при давлении $1,33 \times 10^{-2}$ Па на подложку толщиной $\sim 1,5$ мм при температуре 350°C в течение 15 минут. Толщина пленок составила 40—50 нм (см. рис. 1), размер образцов $\sim 10 \times 10$ мм. В исходном состоянии пленки имели следующий химический состав: Zr — 88,9 ат. %, N — 11,1 ат. %.

Вакуумный отжиг полученных пленок проводили в интервале температур $200\text{—}550^\circ\text{C}$, с выдержкой 1 час в вакууме $1,33 \times 10^{-3}$ Па в азотной атмосфере и скоростью термонагрева $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ в вакуумной установке. В результате напыления получались прозрачные в оптическом диапазоне пленки ZrN толщиной ~ 50 нм с хорошей адгезией (рис. 1).

Напыление графита

Пленки графита напылялись на предварительно приготовленные подложки с подслоем ZrN, которые располагались на расстоянии 4 см над мишенью. Мишень, имеющая диаметр 60 мм и толщину 3 мм, изготавливалась из графита марки МПГ-7. Держатель подложки был оснащен вольфрамовым нагревателем. При необходимости подложка могла нагреваться, в процессе напыления до 1000°C . Для работы магнетрона использовался газ ксенон, который подавался в камеру после её предварительной откачки до 5×10^{-6} Торр. Время напыления подложек составляло от 5 до 30 мин при постоянном давлении рабочего газа 2×10^{-2} Торр. В отдельных случаях пленки подвергались термическому отжигу в той же установке в вакууме в течение одного часа при давлении $10^{-2}\text{—}10^{-5}$ Торр и температуре $400\text{—}700^\circ\text{C}$. Пленки имели полупрозрачную (15 мин) или непрозрачную (30 мин) глянцевую поверхность [4, 5].

Виноградов Сергей Владимирович, научный сотрудник.
Кононов Михаил Анатольевич, старший научный сотрудник.
Кононов Владимир Михайлович, дипломник.
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт общей физики им. А. М. Прохорова РАН.
119991, Москва, ул. Вавилова, 38.
Тел. 8 (499) 503-83-25. E-mail: mike@kapella.gpi.ru

Статья поступила в редакцию 24 апреля 2015 г.

© Виноградов С. В., Кононов М. А., Кононов В. М., 2015

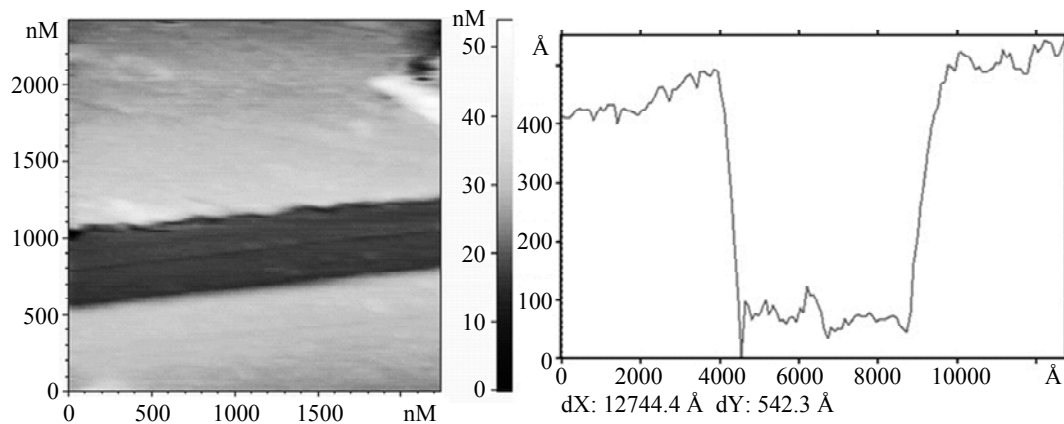


Рис. 1. Профиль поверхности пленки нитрида циркония с царапиной, показывающей толщину слоя ZrN

Методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) были измерены толщины пленок и выявлены некоторые особенности строения углеродных образований. Наряду с углеродными волокнами длиной в несколько десятков микрон и толщиной 200—300 нм, а также и фуллереноподобных образований, на поверхности подложек наблюдались кристаллы тетраэдрической формы.

Исходя из условий приготовления образцов, можно предположить, что данные кристаллы являются тетраэдрическими фуллеренами. Удалив с помощью клейкой ленты часть углеродного материала, имевшего слабую связь с поверхностью, оказалось возможным получить макроскопические по занимаемой площади образцы тетраэдрических фуллеренов. При этом большинство углеродных образований на значительной площади пленки имеют форму лежащих на боковой грани кристаллов тетраэдрической формы, причем их вершины ориентированы в одном направлении (см. рис. 2).

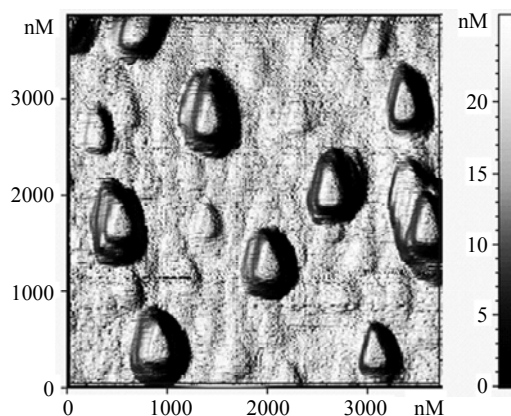


Рис. 2. АСМ-изображение углеродных кристаллов тетраэдрической формы

На полученных АСМ-изображениях хорошо видна высокая гомогенность распределения фуллеренов как по своему типу, так и по ориентации:

полученные тетраэдрические фуллерены однородно ориентированы в пространстве и представляют собой поле с высокой поверхностной концентрацией без включений. Распределение фуллеренов по размерам имеет вид, представленный на рис. 2. На нем видно, что на данной площади присутствуют фуллерены с характерным размером 15—25 нм. Такая особенность присуща большинству полученных в экспериментах образцов и может быть связана с колебаниями мощности распыляющего потока. Также стоит отметить, что для каждой подложки распределение полученных фуллеренов по размерам является одинаковым для всей площади пленки.

Кроме того, стоит подчеркнуть, что подобная высокая степень ориентированности присутствует уже в исходной пленке до удаления слабосвязанных образований и, таким образом, не связана с механическим воздействием на систему.

Заключение

В работе методом магнетронного распыления углерода в вакууме получены образцы пленок, состоящих из ориентированных тетраэдрических фуллеренов на стеклянной подложке с буферным слоем из нитрида циркония ZrN. Методом атомно-силовой микроскопии получены изображения тетраэдрических фуллеренов на подложке.

Стоит также отметить, что такая структура была получена на плоскопараллельной стеклянной подложке с подслоем ZrN толщиной 40—50 нм оптического качества, что определяет пригодность к дальнейшему экспериментальному изучению образцов, в первую очередь, оптическими методами.

В результате проведенных экспериментов были определены условия стабильного получения тонких прозрачных пленок нитрида циркония толщиной до 250 нм и пленок графита толщиной до 500 нм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Виноградов С. В., Кононов М. А., Валянский С. И., Савранский В. В. // Краткие сообщения по физике. 2003. № 2. С. 3.
2. Vinogradov S. V., Kononov M. A., Valyanskii S. I., Urbaitis M. F. // Quantum Electronics. 2003. Vol. 33. No. 8. P. 711—713.
3. Myong Hyun S., Park Yong S. et al. // Thin Solid Films. 2006. Vol. 494. No. 1–2. P. 123—127.
4. Iijima S. // Nature, 1991. Vol. 354. P. 56.
5. Абрамов Д. В., Аракелян С. М., Климовский И. И. и др. // КСФ. 2006. № 10. С. 28—36.

Oriented tetrahedral fullerene getting by vacuum magnetron sputtering

S. V. Vinogradov, M. A. Kononov, and V. M. Kononov

Prokhorov General Physics Institute, Russian Academy of Sciences
38 Vavilov str., Moscow, 119991, Russia
E-mail: mike@kapella.gpi.ru

Received April 24, 2015

Carbon film samples were prepared by vacuum magnetron sputtering. They consisted of the oriented tetrahedral structure on a glass substrate with a buffer layer of zirconium nitride ZrN. Conditions of vacuum sputtering as well as materials to be used have been described in detail. Images of the tetrahedral surface structures were obtained by atomic force microscopy. We assume that these structures are tetrahedral fullerenes.

PACS: 68.37.Ps

Keywords: vacuum magnetron sputtering, fullerenes, atomic force microscopy.

REFERENCES

1. S. V. Vinogradov, M. A. Kononov, S. I. Valyanskii, et al., Bulletin of the Lebedev Physics Institute, No. 2, 3 (2003).
2. S. V. Vinogradov, M. A. Kononov, S. I. Valyanskii, et al., Quantum Electronics **33**, 711 (2003).
3. Hyun S. Myong, Yong S. Park, et al., Thin Solid Films **494**, 123 (2006).
4. S. Iijima, Nature **354**, 56 (1991).
5. D.V. Abramov, S.M. Arakelyan, I.I. Klimovskii, et al., Bulletin of the Lebedev Physics Institute, No. 10, 28 (2006).