

# Формирование углеродных субмикронных структур и наноструктур на поверхности холодной подложки при воздействии лазерного излучения на поверхность углеродосодержащих материалов в воздухе

С.М.Аракелян, М.Н.Герке, С.В.Кутровская, А.О.Кучерик, В.Г.Прокошев

*Разработана экспериментальная методика получения наноструктур в поле мощного лазерного излучения ( $\sim 10^7$  Вт/см<sup>2</sup>) при осаждении паров углеродосодержащих материалов на поверхность холодной подложки. Особенностью данного метода является облучение образца в атмосфере воздуха при комнатной температуре и давлении, близком к 1 атм. Определены зависимости морфологических свойств получаемых наноструктур от расстояния между подложкой и образцом. Обнаружены также изменения свойств оседающих частиц – размеров наноструктур и их характерной формы в зависимости от выбранного материала.*

**Ключевые слова:** углеродосодержащие материалы, наноструктуры, лазерная абляция, осаждение паров.

## 1. Введение

В настоящее время для получения наночастиц и нанокластеров в процессе лазерной абляции применяют схемы воздействия излучения на исходный образец, находящийся в вакууме или в буферных газах [1–4]. Главным образом это связано с тем, что в атмосферном воздухе начинается реакция горения углерода.

В данной работе приведены результаты экспериментов по напылению углерода на поверхность холодной подложки при воздействии излучения Nd:YAG-лазера в воздухе на поверхность углеродосодержащих материалов различной плотности и степени графитизации.

Поверхности подложек после лазерного воздействия исследованы с помощью сканирующего зондового микроскопа Smena В (фирма NT-MDT, Зеленоград). Зафиксировано образование субмикронных структур и наноструктур, свойства которых зависят от выбранного материала и условий эксперимента (длительности импульса, длительности воздействия, расстояния между образцом и подложкой).

## 2. Описание эксперимента

Углеродосодержащие образцы (стеклоуглерод, пирографит, спектрально чистый графит) подвергались воздействию лазерного излучения с длительностью импульса 1.5 мс, при этом Nd:YAG-лазер работал в режиме свободной генерации с максимальной средней мощностью излучения 100 Вт и частотой следования импульсов 150 Гц. Использование данного режима генерации позволило создать долгоживущую плазму над поверхностью образца. Схема напыления представлена на рис. 1.

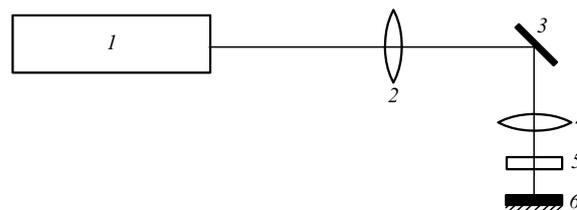


Рис.1. Схема напыления паров углерода на поверхность холодной подложки:

1 – Nd:YAG-лазер; 2, 4 – фокусирующие линзы; 3 – поворотное зеркало; 5 – стеклянная подложка; 6 – углеродосодержащий образец.

Средняя длительность воздействия составляла 30 с, мощность излучения изменялась от 30 до 60 Вт, размер лазерного пятна на образце был равен 400 мкм, расстояние между подложкой и поверхностью образца варьировалось от 0.5 до 2.5 мм.

## 3. Исследование напыленного слоя после лазерного воздействия

После лазерного воздействия поверхность подложки исследовалась методами атомно-силовой микроскопии с помощью сканирующего зондового микроскопа Smena В, работающего в контактном режиме с максимальной областью сканирования размером  $50 \times 50$  мкм и погрешности определения элементов рельефа  $\sim 10$  нм в плоскости сканирования. Изменялись рельеф поверхности и распределение локальной силы трения (латеральной силы), поскольку в данном режиме сканирования возможно получение более контрастного изображения, что позволяет уточнить рельеф образца и отделить исходный материал подложки от поверхности напыленного слоя.

При осаждении паров, образующихся над поверхностью стеклоуглерода, в процессе воздействия лазерного излучения мощностью 46.5 Вт (время облучения 30 с и расстояние между образцом и подложкой (зазор) 0.5 мм) удалось зафиксировать на поверхности равномерное распределение напыленного вещества в виде отдельно стоя-

С.М.Аракелян., М.Н.Герке, С.В.Кутровская, А.О.Кучерик, В.Г.Прокошев. Владимирский государственный университет, Россия, 600000 Владимир, ул. Горького, 87; e-mail: laser@vpti.vladimir.ru, arak@vpti.vladimir.ru

Поступила в редакцию 14 мая 2007 г.

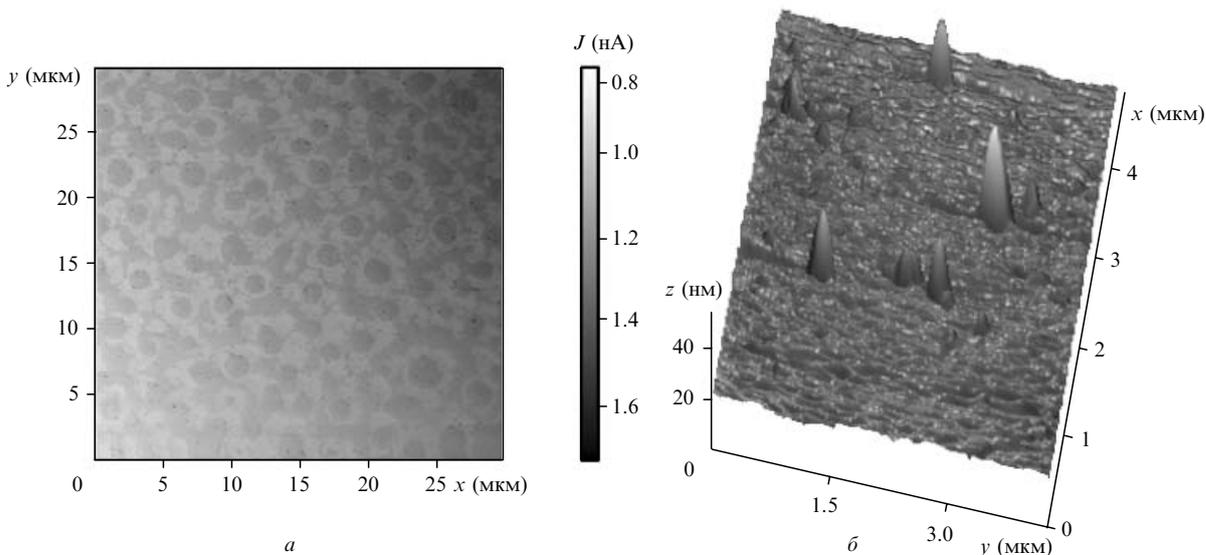


Рис.2. Структура паров стеклоглерида, осажденных на холодной подложке в воздухе: распределение латеральных сил (*a*) и 3D рельеф части области, представленной на рис.2,*a* (*б*); *J* – ток, пропускаемый через зонд атомно-силового микроскопа.

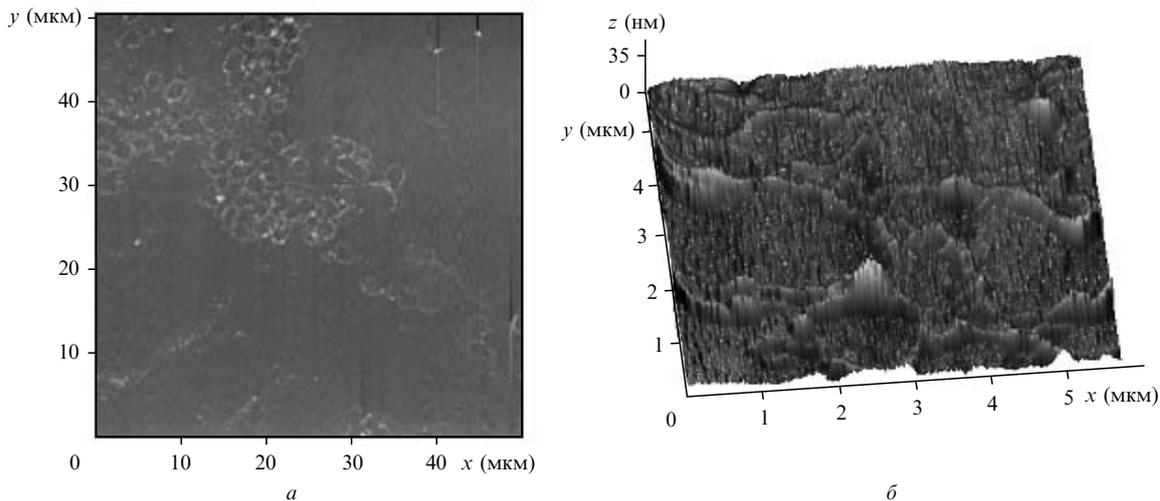


Рис.3. Структура паров спектрально чистого графита марки ЭГ-2А, осажденных на холодной подложке: 2D рельеф поверхности (*a*) и 3D рельеф части области, представленной на рис.3,*a* (*б*).

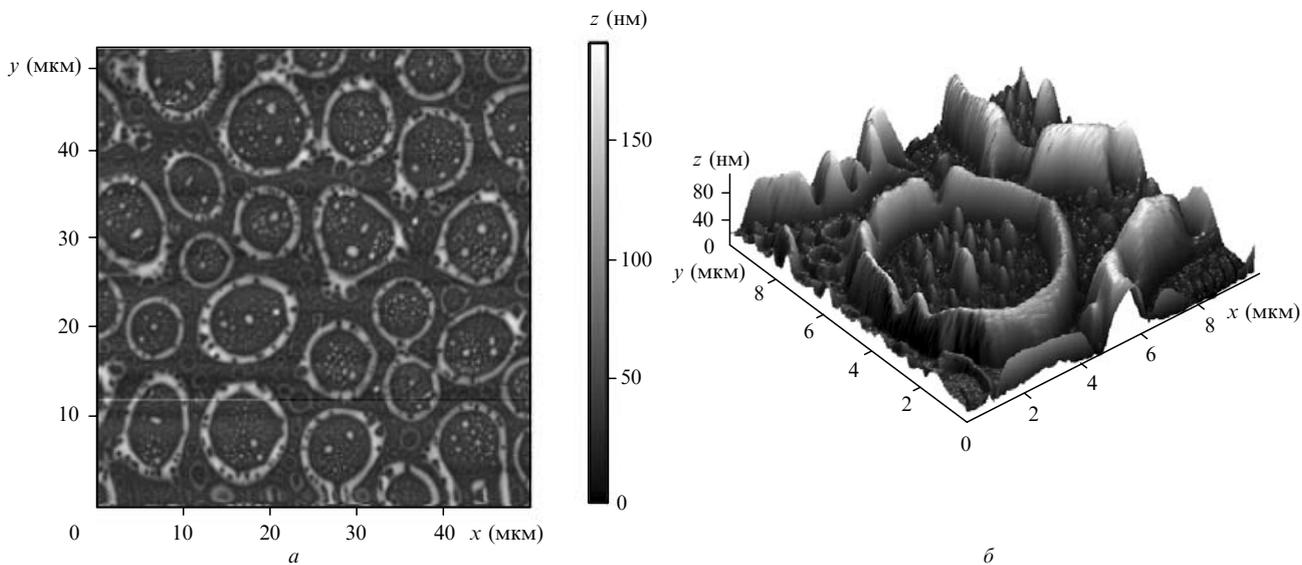


Рис.4. Структура паров пирографита, осажденных на холодной подложке в воздухе: 2D рельеф поверхности (*a*) и 3D рельеф части области, представленной на рис.4,*a* (*б*).

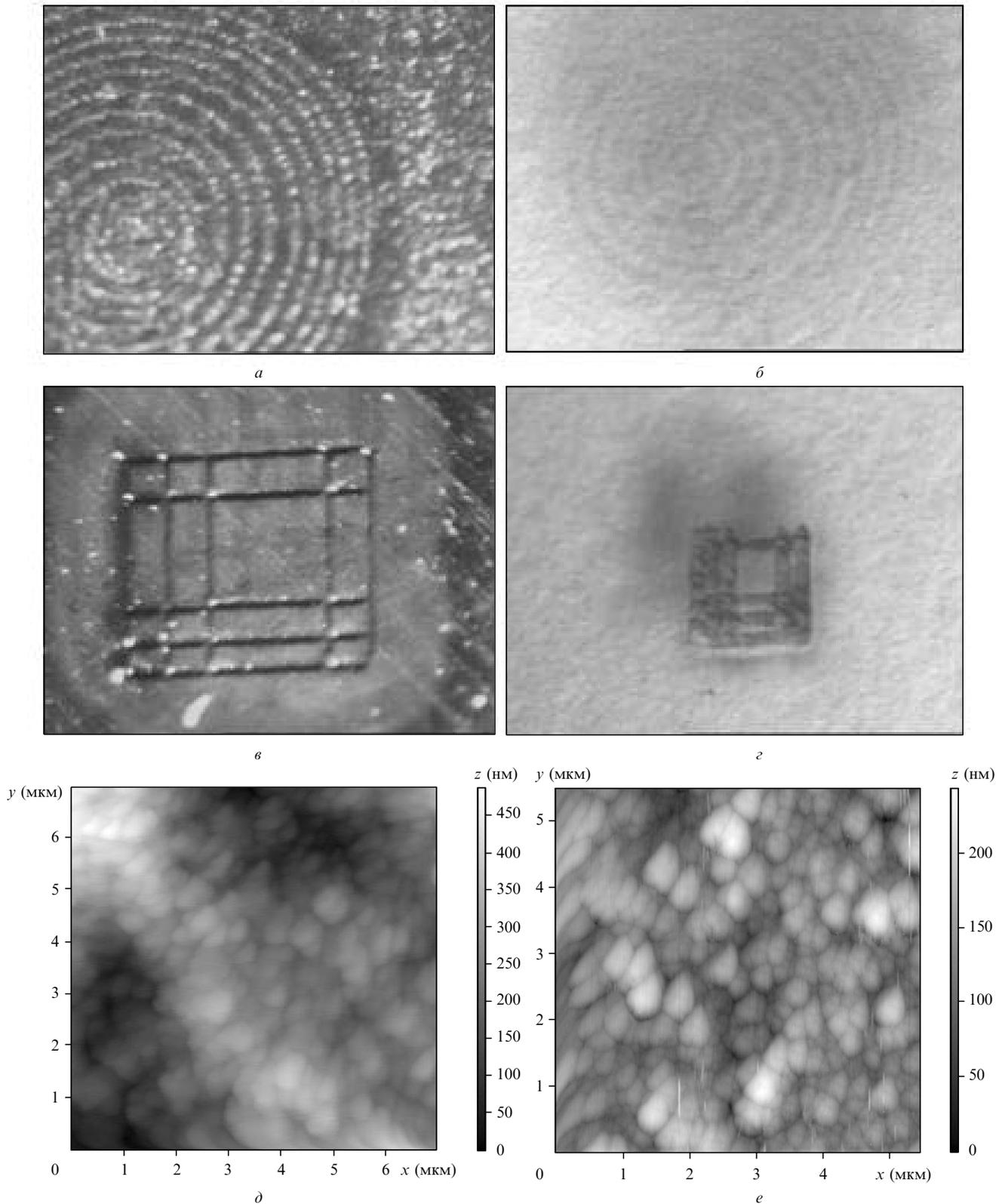


Рис.5. Изображения каверн на поверхности пирографита в виде концентрических колец с оптическим увеличением  $15\times$  (a), структуры осажденных паров пирографита на холодной подложке с оптическим увеличением  $30\times$  (б), каверн на поверхности пирографита в виде решетки с оптическим увеличением  $30\times$  (в), структуры осажденных паров пирографита на холодной подложке с оптическим увеличением  $30\times$  (г), а также изображения поверхности пирографита (д) и структуры напыленного слоя (е), полученные с помощью атомно-силового микроскопа.

ших конусов со средней высотой 40 нм и диаметром основания 300 нм (рис.2).

Были проведены эксперименты при той же лазерной мощности и зазорах 0.8–1.5 мм. Существенных изменений рельефа при этом обнаружить не удалось, а при даль-

нейшем увеличении зазора наблюдалось значительное разрежение полученных структур – вплоть до полного отсутствия напыленного слоя при зазоре 2 мм.

В аналогичных условиях воздействия излучения на поверхность спектрально чистого графита марки ЭГ-2А

при зазоре 1.5 мм на поверхности холодной подложки удалось наблюдать образование конгломерата упорядоченных структур, стремящихся образовать замкнутые формы эллиптического вида с диаметром от 3 до 5 мкм и высотой стенок (рис.3,б) около 35 нм. С увеличением расстояния между образцом и подложкой сначала наблюдалось искажение структуры напыленного слоя, сопровождающееся значительным уменьшением доли замкнутых объектов, а потом образование равномерного напыленного слоя. При удалении подложки на расстояние, большее 2.5 мм, напыленного слоя на ней не наблюдалось.

В процессе осаждения паров углерода, образующихся над областью воздействия лазерного излучения на поверхность пирографита, происходило образование кольцевых структур на поверхности подложки. Наиболее отчетливо данные структуры были видны при расстоянии от подложки до образца 0.8 мм (рис.4).

Внутри кольцевых структур большого диаметра (3–6 мкм) были обнаружены наноконусы с высотой, близкой к высоте стенок кольцевых структур. Внутри «колец» меньшего диаметра дополнительных структур не наблюдалось. Высота стенок явным образом зависит от диаметра структуры и изменяется в среднем от 20 до 90 мкм. Такое поведение структуры напыленного слоя позволяет предположить, что она повторяет доменную структуру поверхности пирографита. Таким образом, поток частиц с поверхности образца на небольших расстояниях от него структурирован. Это предположение подтверждается экспериментально. При зазорах, больших 1.5 мм, замкнутые структуры на подложке не наблюдались, при зазорах, превышающих 2 мм, фиксировался равномерный напыленный слой.

Для подтверждения данной гипотезы были проведены эксперименты по напылению паров пироуглерода на холодную подложку, лежащую на поверхности образца. В связи с тем, что в режиме свободной генерации лазер-

ное излучение нагревало подложку до ее разрушения, в этих экспериментах использовался Nd:YAG-лазер с модуляцией добротности. Длительность импульса составляла ~150 нс, средняя мощность – 20 Вт, а диаметр лазерного пятна на образце был равен ~50 мкм.

Было обнаружено, что при контактном напылении структура напыленного слоя хорошо повторяет структуру поверхности образца (рис.5).

#### 4. Выводы

Таким образом, разработана экспериментальная методика получения наноструктур при осаждении паров углерода на поверхность холодной подложки.

Проведенные исследования по осаждению углерода на холодную подложку при лазерном воздействии на углеродосодержащие материалы позволили установить, что в зависимости от выбранного материала наблюдается изменение структуры напыленных слоев – размеров наноструктур и их характерной формы. Для более точного анализа предполагается проведение серии экспериментов по определению структурных свойств напыленных слоев с использованием рентгеноструктурного анализа и комбинационного рассеяния.

Авторы выражают благодарность И.И.Климовскому за полезные замечания и обсуждения и А.Ф.Галкину за помощь в постановке экспериментов.

Работа поддержана грантами РФФИ № 05-08-33410-а и 06-08-96332-р\_центр\_а.

1. Андриевский Р.А., Рагуля А.В. *Наноструктурные материалы* (М.: Издательский центр «Академия», 2005).
2. Лозовик Ю.В., Попов А.М. *УФН*, **167** (7), 151 (1997).
3. Суздаев И.П. *Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов* (М.: КомКнига, 2006).
4. Гусев А.И. *Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии* (М.: Физматлит, 2005).