

УДК 539.216.1, 621.039.6
МРНТИ 29.19.22, 29.27.51

ФОРМИРОВАНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ СФЕРИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ ПРИ РАСПЫЛЕНИИ МИШЕНИ ИМПУЛЬСНЫМИ ПОТОКАМИ ПЛАЗМЫ

А.М. ЖУКЕШОВ^{1,2}, А.Т. ГАБДУЛЛИНА¹, А.У. АМРЕНОВА¹,
М. МУХАМЕДРЫСҚЫЗЫ¹

¹Казахский Национальный университет им. аль-Фараби

²Национальная нанотехнологическая лаборатория открытого типа

Аннотация: В работе показано, что при распылении графитовой мишени импульсным потоком плазмы формируются сферические наночастицы из соединений железа с углеродом – карбид железа. Полученные данные позволяют разработать новый метод синтеза нанокмпозитов с заданными свойствами для медицины, электроники и других областей. Используемый способ открывает возможность управляемого синтеза многофункциональных нанокмпозитов путем вариации параметров плазменного потока. Практическое значение исследований по получению наночастиц из карбида железа с углеродной оболочкой актуально в связи с их применением в медицине. Поскольку частицы содержат железное ядро, ими можно управлять с помощью магнитного поля, а нетоксичная углеродная оболочка делает их безопасными для человека.

Ключевые слова: сферические наночастицы, импульсные плазменные потоки, плазменное распыление, нержавеющая сталь, карбид железа, графитовая мишень

THE FORMATION OF NANOSIZED SPHERICAL PARTICLES BY SPUTTERING TARGET WITH PULSED PLASMA FLOWS

Abstract: In the article, it is shown that spherical nanoparticles of iron and carbon compounds – iron carbide are formed by sputtering a graphite target with a pulsed plasma flow. The obtained data allow developing a new method for the synthesis of nanocomposites with desired properties for medicine, electronics, and other fields. The method used open up the possibility of controlled synthesis of multifunctional nanocomposites by varying parameters of the plasma flow. The practical significance of research on obtaining iron carbide nanoparticles with carbon shell is relevant in connection with their use in medicine. Since the particles contain an iron core, they can be controlled by a magnetic field, and the non-toxic carbon shell makes them safe for humans.

Keywords: spherical nanoparticles, pulsed plasma flows, plasma sputtering, stainless steel, iron carbide, graphite target

НАНОӨЛШЕМДІ СФЕРАЛЫҚ БӨЛШЕКТЕРДІ НЫСАНДЫ ИМПУЛЬСТІ ПЛАЗМА АҒЫНДАРЫМЕН ТОЗАҢДАТУ АРҚЫЛЫ ҚАЛЫПТАСТЫРУ

Аңдатпа: Мақалада графитті нысанды импульсті плазма ағындарымен тозаңдатқанда, темір мен көміртегі қосылысы – темір карбидінен тұратын сфералық нанобөліктер құралатындығы көрсетілген. Алынған мәліметтер медицина, электроника және де басқа салаларға арналған берілген қасиеттерге ие нанокмпозиттерді синтездеудің жаңа әдісін жетілдіруге мүмкіндік береді. Қолданылатын әдіс плазма ағыны параметрлерін түрлендіру арқылы көпфункционалы нанокмпозиттерді басқарылатын синтездеуге жол ашады. Көміртекті қабықшасы бар темір карбидінен тұратын нанобөліктерді алу бойынша зерттеу жұмыстарының практикалық маңыздылығы әсіресе медицинада пайдаланылуымен өзекті. Бөліктер құрамы темір ядродан тұратындықтан, магнит өрісі арқылы басқаруға болады, ал залалсыз көміртекті қабықшасы оларды адам ағзасына қатерсіз етеді.

Түйінді сөздер: сфералық нанобөліктер, импульсті плазмалық ағындар, плазмалық тозаңдату, тот баспайтын болат, темір карбиді, графитті нысана

Введение

При плазменной обработке следует различать два разных метода воздействия потока плазмы на образец-мишень. В первом случае поверхность образца подвергается плавлению и последующему радиационному охлаждению. При этом плавится тонкий поверхностный слой толщиной в десятки микрон. Поэтому в данном случае происходит модификация структуры поверхности с образованием наноразмерных дефектов. Другой метод – распыление материала мишени и одновременное осаждение на рядом стоящую подложку. В этом случае поверхность мишени также расплавляется, но поверхность подложки – нет. Подложки располагаются несколько в стороне от пучка и продукты эрозии мишени осаждаются на ее поверхность. В этом случае мы ожидаем осаждения нанопыли из поверхностной плазмы. Данный способ отличается от уже известных методов получения нанокомпозитов путем распыления катода в дуговом разряде, лазерной абляции и химического способа получения нанокompозитов [1].

Изучение процессов распыления конструкционных материалов при воздействии на них импульсных плазменных потоков представляет собой актуальную задачу как для развития представлений о физических механизмах распыления в нестационарных условиях, так и для практических приложений. Известно, что распыление пучками ионов в стационарном режиме в направлении угла отражения происходит достаточно интенсивно, однако скорости распыления невелики [2]. В то же время, для импульсных потоков характерны большие плотности тока, что может приводить к интенсивному испарению материала мишени [3]. В этом случае речь идет уже не о классическом распылении, а об испарении потоком плазмы и осаждении из приповерхностной плазмы. Таким образом появляется возможность потоком плазмы испарять поверхность тугоплавких материалов, например, графита, и затем осаждавать продук-

ты испарения при естественном охлаждении короткоживущей импульсной плазмы.

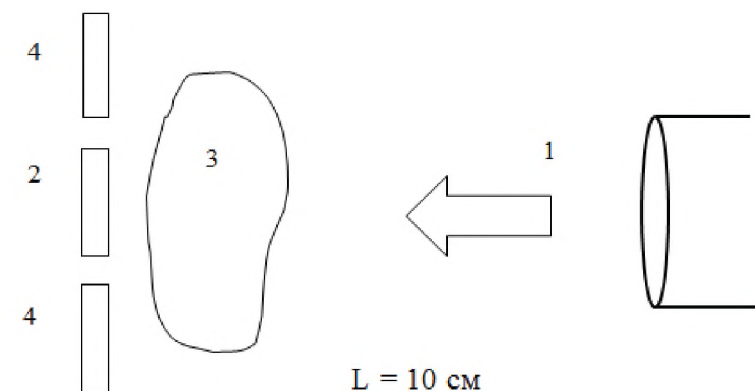
Эксперимент

В настоящей работе генератором импульсных плазменных потоков является ускоритель с коаксиальной геометрией электродов КПУ-30 [4], используемый в режиме со сплошным наполнением [5]. КПУ формирует потоки плазмы со скоростями $(10 - 100) \cdot 10^3$ м/с и высокой плотностью кинетической энергии ионов от ~ 100 эВ до 10 кэВ при длительности импульса ~ 7 мкс. Плотность потока и эффективность воздействия зависят от условий, при которых проводится обработка мишени. В качестве материалов для исследования были выбраны нержавеющая сталь марки AISI 201 в качестве подложки, а графитовый электрод в качестве мишеней.

В КПУ плазма формируется при импульсном разряде (при низком давлении) между двумя цилиндрическими электродами, когда выполняется условие для высоковольтного пробоя. Энергия для разряда поставляется от емкостного накопителя, рабочий газ вводится через электродинамический газовый клапан, зафиксированный на оси электродов. Для данного устройства возможны два режима работы, в зависимости созданных для разряда газа условий. Первый – режим с импульсным напуском газа, при котором регулируется время задержки между моментами запуска газа и подачи высокого напряжения на электроды. В данном режиме вариацией задержки возможно получение очень горячих, но неоднородных сгустков плазмы. Регулирование плотности энергии плазменного сгустка в определенных пределах возможно управлением напряжением зарядки батарей. Второй режим – с предварительным наполнением рабочей камеры газом до давления, при котором возможен его пробой. В этом режиме регулированием давления возможно получение сгустков с энергией и скоростью в широком диапазоне. В обоих режимах плотность энер-

гии плазменного потока находится в диапазоне 5-60 Дж/см². В режиме с импульсным напуском при малых временах задержки имеет место эрозия дуги электродов, когда ионы и нейтралы материала электрода присутствуют в плазме. В экспериментах, проводимых на КПУ-30, диаметры внешнего и внутреннего электродов были 90 и 24 мм соответственно. Высоковольтный импульс, прикладываемый на электроды, получали от емкостного накопителя энергией от 3 до 30 кДж. На расстоянии более 15 см от конца электродов получена однородность плазменных потоков 20-30%. С точки зрения технологического режима на таких ускорителях возможны два варианта технологии: 1 – режим с плазменной обработкой и 2 – режим с плазменным напылением.

В данной работе использовали второй способ обработки (рисунок 1) для распыления графитовой мишени и осаждения из плазмы на поверхность стальной подложки. Для распыления мишени при воздействии на них горячих импульсно-плазменных потоков (ИПП) применяли режим работы ускорителя при остаточном давлении ~ 0,1 Торр. В этом режиме энергия плазменного сгустка, формируемого в КПУ-30, составляла 25, 30 Дж/см². При такой энергии основными видами эрозии для всех материалов мишеней являлось плавление и испарение. Материал мишени испарялся, смешивался с плазмой и осаждался на поверхности подложек. Анализ продуктов эрозии производился после 1, 5 и 10 импульсов.



1 – поток плазмы, 2 – мишень, 3 – поверхностьная плазма, 4 – подложки

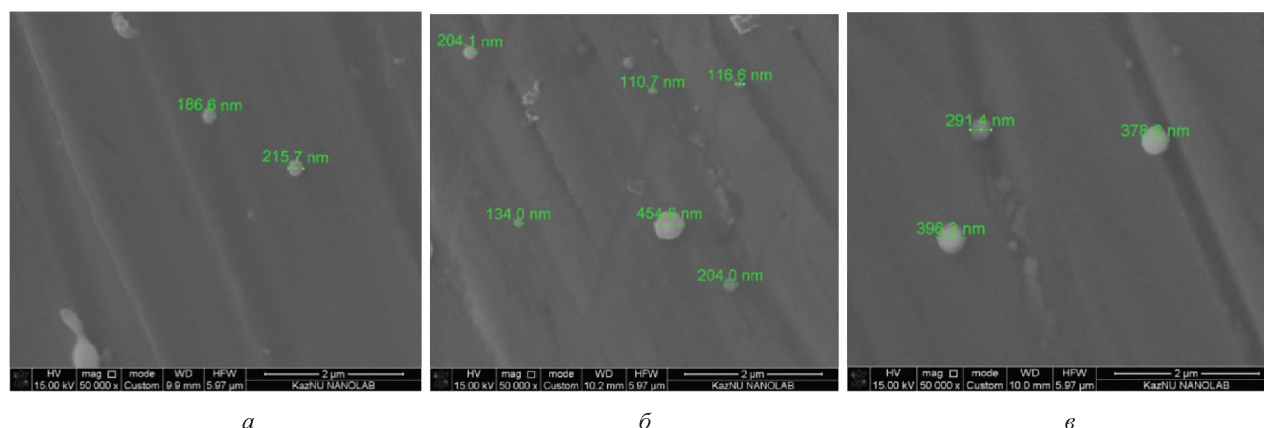
Рис. 1 – Схема проведения экспериментов по распылению графита

Результаты и их обсуждение

Распыленный потоками горячей плазмы на установке КПУ-30 материал мишени – графит, был осажден на поверхности подложек из нержавеющей стали. При проведении диагностики поверхности материалов металлографическим и сканирующим электронным микроскопами, было выяснено, что продукты эрозии были представлены в виде тонких пленок, пыли и шаровидных образований (рисунок 2). Как видно из рисунка 2, на поверхности образуется тонкая пленка и на ней располагаются шаровидные образования. Размер шаровых образований на образцах варьируется от 110 до 450 нм. Таким образом, можно предположить, что в результате распыления материала мишени на подложках образуется тонкая пленка и углеродная нанопыль.

Из анализа результатов можно сделать вывод, что на ускорителе КПУ всегда присутствуют эрозия материалов как мишени, так и подложки, которые, попадая в плазму, осаждаются на их поверхности. По параметрам энергии ускоритель КПУ может обеспечить достаточно эффективное распыление материалов, но для нанесения толстых слоев, не содержащих пыль, необходимо найти оптимальное давление при использовании сплошного режима.

Результаты спектрального анализа на участках подложек и непосредственно шаровидных образований приведены в таблице 1. Анализ результатов показывает, что содержание углерода на поверхности подложек постепенно увеличивается с ростом коли-



а) поверхности стальных подложек после 1 импульса, б) после 5 импульсов, в) после 10 импульсов
Рис. 2 – Поверхность подложек после воздействия ИПП

чества обработок от 2.69% (масс.) до 9.19%, а содержание железа падает от 80,29% до 75,4%. Увеличение количества углерода объясняется распылением материала мишени и переносом плазмы на поверхность подложки, т.е. на подложке формируется слой углерода.

Что касается железа, его уменьшение можно объяснить тремя причинами: 1) распылением поверхности подложки налетающей плазмой; 2) железо плохо видно анализатором из-за пленки углерода на поверхности; 3) железо собралось в шаровидных образованиях.

Таблица 1 – Состав поверхности подложек из стали после обработки горячей плазмой

Кол. обр.	C, масс. %	Fe, масс. %	Примечание
1	2,69	80,29	на поверхности
	7,35	78,13	на шаровидном обр.
5	4,00	78,91	на поверхности
	6,24	77,21	на шаровидном обр.
10	9,19	75,4	на поверхности
	13,5	74,0	на шаровидном обр.

По результатам анализа мы можем утверждать, что шаровидные частицы представляют собой смесь железа с углеродом, т.е. карбид железа. Причем, количество углерода в них изменяется в пределах 7.35%, 6.24% и 13.19% соответственно, т.е. они становятся более углеродными, а количество железа уменьшается. Таким образом, количество обработок напрямую связано с химическим составом шаровидных образований, и в некоторых пределах ими можно управлять. Следует отметить, что ранее шаровидные образования наблюдались на поверхности графитовых мишеней, обработанных на этом же ускорителе потоками импульсной плазмы. Однако для

окончательного выяснения структуры шаровидных частиц требуется рентгеноструктурный анализ, который сейчас проводится.

Закключение

Полученные результаты открывают возможности управляемого синтеза многофункциональных нанокмполитов, путем вариации количества обработок. Мы продолжаем работу в этом направлении и уже планируем эксперимент, в котором будет варьироваться энергия потока в более широком диапазоне. Такой подход может дать новые результаты, например, состав наночастиц может измениться.

Работа выполнена в рамках проекта МОН РК №AP05130108.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лозовик Ю.Е., Попов А.М. (1997). Образование и рост углеродных наноструктур – фуллеренов, наночастиц, нанотрубок и конусов. *Успехи физических наук.* – Т. 167. – №7. – С. 751-774.
2. Морозов А.И. (2006). Введение в плазмодинамику. – Москва, Физматлит. – 576 с.
3. Langner, J., Piekoszewski, J., Werner, Z., Tereshin, V.I., Chebotarev, V.V., Garkusha, I., Walís, L., (...), Grabias, A. (2000), “Surface modification of constructional steels by irradiation with high intensity pulsed nitrogen plasma beams”, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 128-129, pp. 105-111.
4. Baimbetov, F.B., Zhukeshov, A.M., Amrenova, A.U. (2007), “Dynamics of plasma flow formation in a pulsed accelerator operating at a constant pressure”, *Technical Physics Letters*, Vol. 33, pp. 77-79.
5. Zhukeshov, A.M., (2009), “Plasma flow formation in a pulse plasma accelerator in continuous filling regime”, *Plasma Devices and Operations*, Vol. 17, pp. 73-81.