СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕСИТАЛЛА, ПИРОУГЛЕРОДА И ПОЛИИМИДА ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ПОТОКА КИСЛОРОДНОЙ ПЛАЗМЫ

В.Н. Черник¹, Н.В. Белова², А.И. Акишин¹, Ю.С. Виргильев³, Г.Г. Бондаренко², А.И. Гайдар²

¹НИИЯФ им. Д. В. Скобельцына МГУ им М. В. Ломоносова, 119992, Москва, Ленинские горы, д.1, стр.2, Россия, <u>chernik@hep.sinp.msu.ru</u>; ²НИИ перспективных материалов и технологий МИЭМ, 115054, Москва, ул. М. Пионерская, д.12, Россия, <u>niipmt@mail.ru</u>; ³НИИ ГРАФИТ, 111141, Москва, ул. Электродная, д.21, Россия

The graphite and polyimide surfaces exposed to accelerated oxygen plasma beams were examined with scanning electron microscopy. Fast oxygen etching formed the surface topographies as numbers of cone/column-like protrusions. As mass loss increasing its dimensions were growing and the topography was transforming. The polyimide structure was changed from carpet-like to porous one with thin walls.

Ускоренные потоки атомных частиц кислорода при воздействии на многие материалы атомной и космической техники приводят к эрозии поверхности. Примерами являются углеродные и полимерные материалы, соответственно используемые на первой стенке токамаков и на наружных поверхностях низкоорбитальных космических аппаратов (КА) [1, 2]. В результате воздействия примесных ионов О в первом случае и атомов О набегающего потока ионосферы во втором -наблюдаются потери массы материала и изменение его поверхностных физико-химических свойств. В связи с этим информация об изменении структуры поверхности при таком воздействии представляет интерес.

В данной работе рассмотрены изменения структуры материалов из указанных классов при воздействии ускоренных потоков кислородной плазмы, имитирующем натурные условия. Исследования проводились на углеситалле УСБ-15, наиболее стойком к ионному распылению углеродном материале, легированном бором [3, 4], сходном с ним по структуре пироуглероде ПГИ [4], а также на полиимидной пленке ПМ-1Э, широко используемой на КА [2, 5].

Поток ускоренной кислородной плазмы состоял из атомарных и молекулярных ионов, быстрых атомов и молекул кислорода с энергией до 40 эВ (менее 10%), а также плазменных электронов с энергией несколько электронвольт [2, 6].

В режиме облучения углеродных материалов образец под отрицательным смещением 30 В бомбардировался ионами кислорода с энергией 90 эВ при плотностях потока (1-1,5)*10¹⁶ ион*см⁻² с⁻¹ и флюенсе 10²⁰ ион*см⁻² при нормальном падении ионов.

При облучении полиимида использовался режим с меньшими энергией (20 эВ) и плотностью потока атомных частиц О. Полиимидный образец, являющийся диэлектриком, находился под плавающим потенциалом. В этом случае для определения интенсивности воздействия использовался метод эффективного флюенса (ЭФ), стандартный в мировой практике имитационных испытаний материалов КА [2, 7]. По этому методу реальный флюенс частиц приводится к некоторому флюенсу атомов О, вызывающему эквивалентные потери массы образца при энергии равной 5 эВ. ЭФ определяется по потерям массы образца-свидетеля из эталонного материала –полиимида с известным коэффициентом эрозии равным 4,5 10⁻²⁴ г см⁻² при 5 эВ. Облучение производилось при двух ЭФ: 10²⁰ атом О*см⁻² и 5 10²⁰ атом О*см⁻² при наклонном падении ускоренного потока плазмы (0,5-0,7 рад). Эрозионные свойства материалов оценивались по изменению массы образцов, измеряемому вне камеры до и после облучения на аналитических весах HR-202i с ценой деления 0,01 мг. Растровая электронная микроскопия (РЭМ) проводилась на микроскопе «EVO 40» (Zeiss) с предельной разрешающей способностью 4нм в режиме с энергией зондирующего пучка 25-30 кэВ при токе 15-30 пА. Образцы токопроводящим клеем стандартный клеились на столик-держатель микроскопа. На полиимид предварительно напылялся слой А1 толщиной 20нм.

На рис.1, 2 показаны РЭМ изображения облученной и необлученной поверхности полиимида и углеродных материалов. На рис.1 в верхнем ряду размер поля 6 мкм слева направо: $1 \ 10^{20}$ ат O/ см², $5 \ 10^{20}$ ат O/ см², в нижнем ряду размер поля 30 мкм слева направо: $5 \ 10^{21}$ ат O/ см², $1 \ 10^{22}$ ат O/ см². Угол падения потока 0,5 рад от нормали.

Анализ изображений показывает, что при травлении на поверхности формируется рельеф, образованный столбчатыми и конусными выступами, ориентированными навстречу потоку. На поверхности полиимида на начальной стадии травления при ЭФ равном 1 10^{20} атом O/ см², образуется структура из тесно расположенных столбиков, напоминающая ковровый ворс (carpet-like). Похожая морфология поверхности наблюдается после экспонирования полиимида на поверхности низкоорбитальных КА [2].

На углеродных материалах наблюдается более разреженная структура с резким разделением отдельных столбиков или конусов. Картина поверхности ПГИ напоминает рельеф при физическом распылении графита РГТ ионами Не с энергией 800эВ [8].

При увеличении потери массы материала как за счет роста флюенса на полиимиде, так и при возрастании коэффициента распыления при переходе от УСБ-15 к ПГИ, наблюдается увеличение характерных размеров рельефа. На полиимиде увеличивается размер впадин между выступами от сотых долей микрона при ЭФ 1 10^{20} ат O/ см², до нескольких микрон при ЭФ 1 10^{22} ат O/ см². При этом верхние концы выступов постепенно стравливаются и первоначальный рельеф в виде ворса преобразуется в пористую структуру с тонкими стенками между порами. Отдельные столбы сливаются в гребни.

На графитах при росте степени эрозии поверхности наблюдается увеличение поперечных и осевых размеров выступов. Если на УСБ-15 при потерях массы 0,4 мг см⁻² размеры столбиков порядка 1 мкм, то для ПГИ с потерями массы 2мг см⁻² длина конусов достигает 15-20 мкм, что соответствует глубине эрозии поверхности.

Данные рентгеновского флуоресцентного анализа поверхности углеситалла, приведенные в таблице, показывают увеличение содержания О за счет снижения доли С.

Элемент		углерод	кислород	бор
Концентрац	До облучения	73	9	18
ия, ат%	После облучения	67	15	18

Неизменность атомной концентрации бора при этом свидетельствует в пользу образования его оксида, связывающего О на поверхности. Пленка оксида бора препятствует контакту с О нижележащего углерода, что является возможной причиной уменьшения коэффициента химического распыления УСБ-15 по сравнению с ПГИ [4, 9].

В докладе приведены РЭМ изображения различных участков поверхности, проводится обсуждение полученных результатов и сравнение с известными данными.



Рис.1. Изменение рельефа поверхности полиимида по мере увеличения флюенса АК



Рис.2. Структура необлученной (слева) и облученной (справа) поверхности УСБ-15 (верхний ряд) и ПГИ (нижний ряд). Размер поля 30 мкм. Нормальное падение потока.

- 1. О. Аусиелло, Д.И. Ибботсон, Д.Л. Флэм, Фундаментальные и прикладные аспекты распыления твердых тел: Сб. статей 1986-1987гг.: Пер. с англ. Сост. Е. С. Машкова.-М.: Мир, 1989.
- 2. А.И. Акишин, Л.С. Новиков, В.Н. Черник, Новые наукоемкие технологии в технике. Энциклопедия. т.17. М.: ЗАО НИИ «ЭНЦИТЕХ» 2000.
- 3. Н.В. Плешивцев, А.И. Бажин, Физика воздействия ионных пучков на материалы, М.: Вузовская книга, 1998.
- 4. А.И. Акишин., Ю.С. Виргильев, В.Н. Черник, Изв. РАН, сер. Физ. 66 (2002) 605.
- 5. В.Н. Черник, С.Ф. Наумов, С.А. Демидов, С.П. Соколова, В.И. Свечкин, Перспективные материалы (2000) № 6 32.
- 6. А.И. Акишин, В.С. Куликаускас, В.Н. Черник, Изв. РАН. Сер. физ. 58 (1994) 109.
- 7. ASTM. Standard Practics for Ground Laboratory Atomic Oxygen Interaction Evaluation of Material for Space Applications. Designation E 2089-00, June 2000.
- 8. Л.Б. Беграмбеков Итоги науки и техники. Сер. Пучки заряженных частиц 7 (1993) 4.
- 9. А.И. Акишин., Ю.С. Виргильев, В.Н. Черник, Изв. РАН, сер. Физ. 68 (2004) 437.