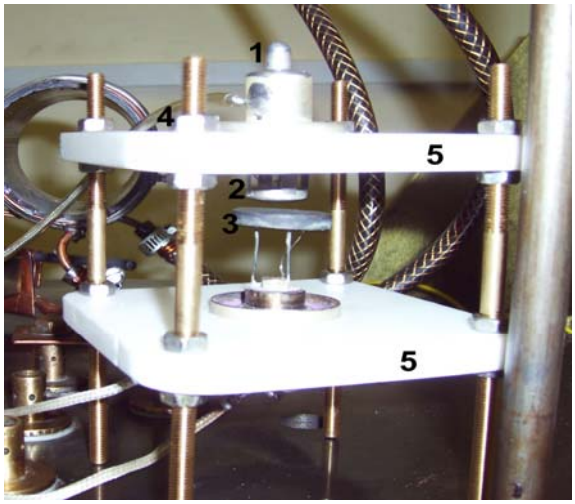
СИНТЕЗ ОРИЕНТИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК В ПЛАЗМЕ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА.

А.А. Сердюков, Н.Б. Акимов, Н.Г. Чеченин
Научно-исследовательский институт ядерной физики МГУ
E-mail: aserdyukov@mail.ru

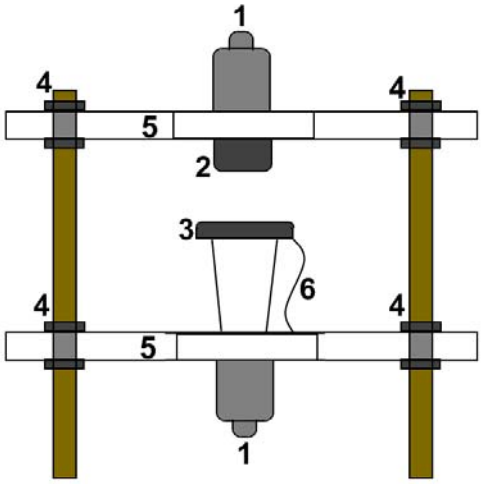
В ОФАЯ НИИЯФ МГУ инициирована программа синтеза углеродных нанотрубок (УНТ)[1]. Использованы два высокопроизводительных метода: плазменно-дугового и пиролитического газофазного осаждения. Морфологические различия УНТ, получаемых этими методами обсуждаются нами подробно в работе[2 3]. Анализ применяемых методов показал, что среди факторов, влияющих на морфологию наноструктур, решающее значение оказывают давление и наличие силовых полей, при этом регулярность структуры достигается при воздействии внешнего поля, ассистирующего рост УНТ, например, тлеющего разряда.

В данной работе описаны новые результаты по синтезу вертикально ориентированных (т.е. перпендикулярно поверхности) УНТ (ВО-УНТ). Для этого нами была разработана и реализована установка по осаждению УНТ в плазме тлеющего разряда (ОТР).

На рис.1 приведена схема и фотография устройства ОТР.



а)



б)

Рис. 1. –Установка ОТР. 1) – контакты электродов, 2) – анод, 3) – катод, 4) – регулировочные гайки, 5) – фторопластовые планки-держатели электродов, 6) – контакт катодного нагревателя.

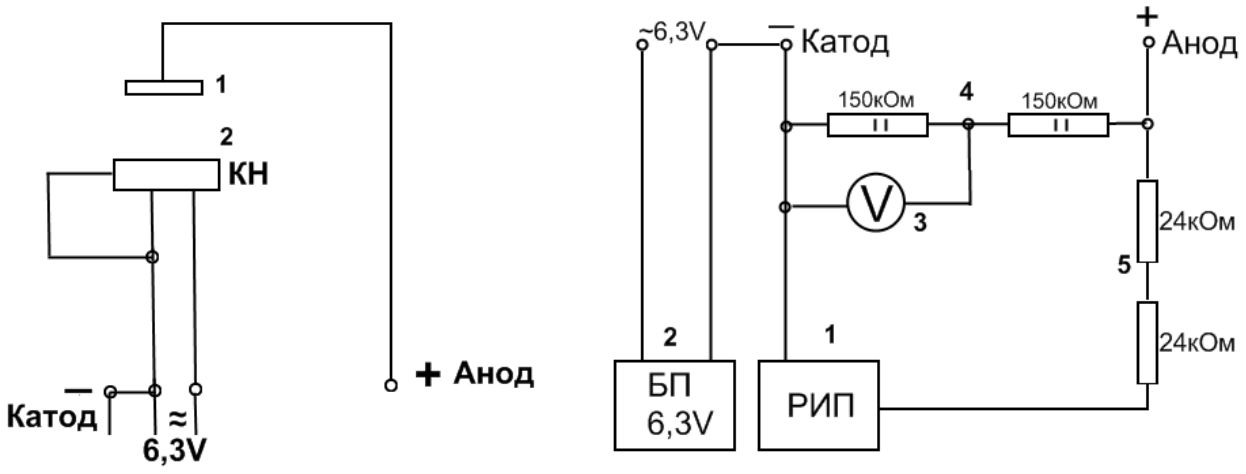
Таким образом, анод 2 и катод 3 размещались на электро и теплоизолированных фторопластовых планках, расстояние между которыми регулировалось с помощью гаек 4. Вся конструкция помещалась в вакуумной камере.

Осаждение УНТ из углеродосодержащей среды путем пиролитического газоосаждения (ПГО) с участием катализатора происходит при температуре

подложки в диапазоне 650 – 1000 °С, для этого разработан катодный нагреватель (КН).

Схема включения электропитания приведена на рис.2.

Для КН был разработан нихромовый нагревательный элемент, имеющий следующие характеристики: диаметр провода 0.8 мм, номинальное напряжение 6.3 В, ток номинальный 8 А, мощность 50 Вт, температура НОМ 750С.

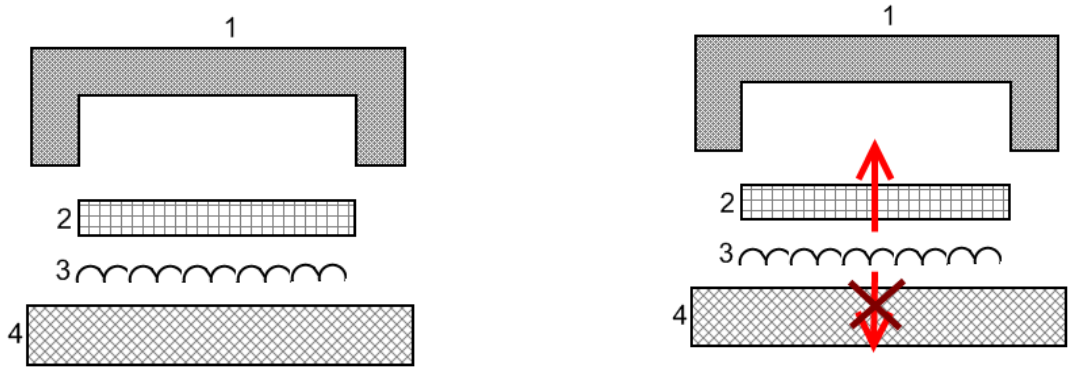


а) б)

Рис. 2. – Электрическая схема ОТР. а) – Схема включения катодного нагревателя, б) – общая схема электропитания ОТР. 1) – РИП – регулируемый источник питания, 2) БП – блок питания катодного нагревателя (КН), 3) – вольтметр, 4) – резисторы делителя, 5) – балластное сопротивление.

Устройство КН схематично изображено на рис. 3. При создании КН были решены многие технические задачи. Для направленного нагрева подложки было создано 2 разных типа керамических составляющих.

Размещение нагревательного элемента производилось через разделительную огнеупорную керамику. Рабочий слой 2 (верхний) выполнен из теплопроводящей керамики, нижний слой 4 – теплоизоляционная керамика.



а) Б)

Рис. 3 – Схема катодного нагревателя. 1) - Пластина Ni -70%, Fe – 30% , 2) - многокомпонентная теплопроводящая керамика, 3) – нихромовый нагревательный элемент, 4) – теплоизоляционная керамика. Стрелками схематично показано направление распространения тепла от спирали.

Пиролиз происходит при температурах от 450С, УНТ начинают формироваться при температурах от 600С, поэтому КН выполнен таким, что может поддерживать температуру от комнатной до 950С.

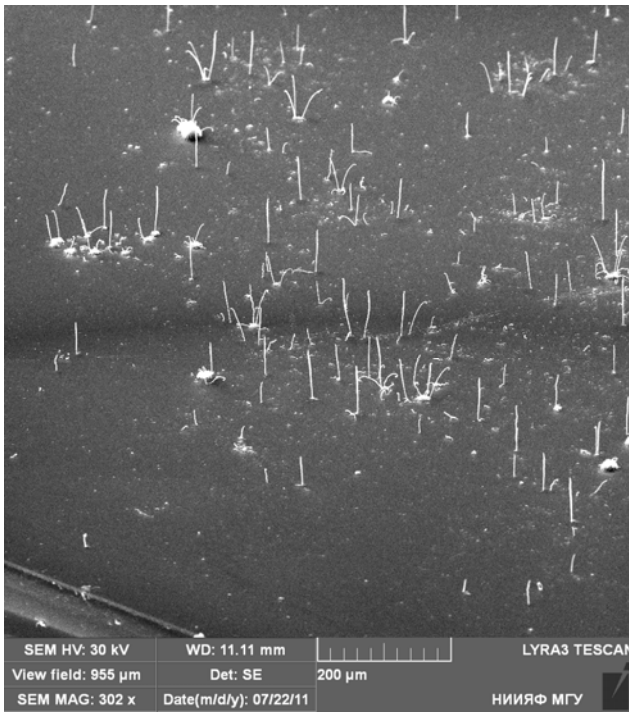


Рис. 4. СЭМ изображение поверхности образца Т10.

Эксперимент по осаждению проводится следующим образом:

После тщательной откачки производится напуск водорода до давления 300 мбар, далее включается нагрев подложки до ≥600С для восстановления поверхности на ~10 минут. Затем подается напряжение ~600 В и после откачки до ~50 мбар зажигается тлеющий разряд. После, без выключения нагрева и тлеющего разряда, в камеру подается ацетилен. Процесс осаждения продолжается от нескольких до десятков минут. Результаты исследования поверхности одного из образцов (Т10) на электронно-сканирующем микроскопе показали наличие ВО-УНТ и практически полное отсутствие аморфного углерода, см. рис. 4,5.

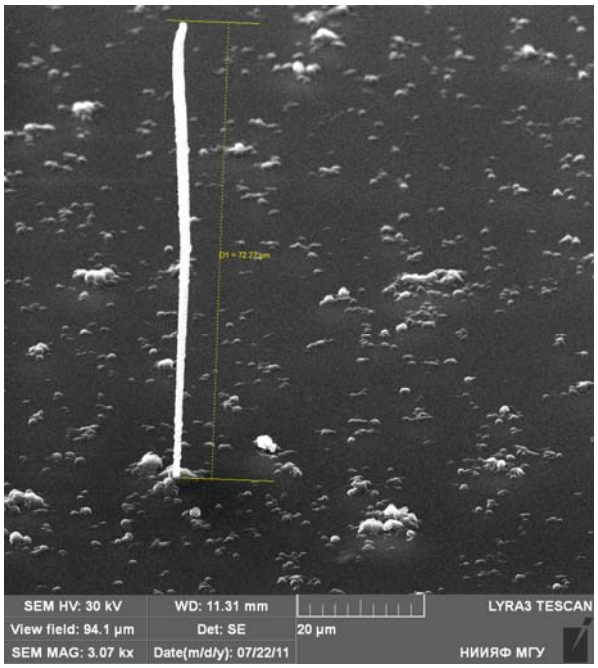


Рис. 5. СЭМ изображение жгута УНТ на поверхности Т10.

На ровной поверхности кремневой подложки видны отдельно стоящие жгуты ВО-УНТ, все примерно одинаковой длины в несколько микрон, большинство прямые и гладкие. Важной особенностью является отсутствие аморфного углерода. Формирование изогнутых жгутов УНТ происходило в местах искажения электрического поля из-за наличия относительно крупных частиц электропроводящего катализатора (никеля).

При более детальном рассмотрении (рис. 4) и использовании средств измерения электронного микроскопа, видим, что длина объектов составляет десятки микрометров. Эти объекты представляют собой сплетенные в жгуты УНТ и расположены перпендикулярно поверхности подложки. Исходя из

длины УНТ и времени осаждения, можно оценить скорость роста УНТ в используемом режиме, которая составляет около 70 мкм/мин.

---

[1] Макунин А.В., Чеченин Н.Г., Сердюков А.А., Бачурин К.Е., Воробьева Е.А. Технологические аспекты синтеза наноструктур электродуговым и газопиролитическим методами. *Физика и химия обработки материалов*, 2010, № 6 с 38-41

[2] А.В. Макунин, К.Е. Бачурин, Е.А. Воробьева, А.А. Сердюков, Н.Г. Чеченин. Лаборатория нанотехнологий и наноматериалов НИИЯФ МГУ: цели и перспективы. Доклад на 18-Международной конференции по электростатическим ускорителям и пучковым технологиям. Обнинск 19-22 октября 2010 г.

[3] А.В.Макунин, К.Е.Бачурин, Е.А.Воробьева, А.А.Сердюков, М.А.Тимофеев, Н.Г.Чеченин Морфологические различия строения углеродных наноструктур, синтезированных различными методами. НИИ ядерной физики им. Д.В.Скобельцына МГУ, Москва. Физика и химия обработки материалов 2011, №4, с.66-70.