

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Кулак А. И.

Институт общей и неорганической химии НАН Беларуси,
г. Минск, Беларусь

Самцов М. П.

НИИ прикладных физических проблем БГУ, г. Минск, Беларусь

Кулак Т. И., Кондратюк А. В.

НИИ физико-химических проблем БГУ, г. Минск, Беларусь

Майснер Д.

Университет И. Кеплера, г. Линц, Австрия

Осаждение углеродных материалов (прежде всего, алмазоподобных «DLC» пленок) электрическим либо электрохимическим воздействием на жидкие среды может рассматриваться как интересная, но еще недостаточно изученная, альтернатива классическим методам химического осаждения из газовой фазы, вакуумного испарения, лазерно-импульсного распыления и др. Сопоставительный анализ различных методов осаждения углеродных пленок дает основания надеяться, что электроосаждение будет характеризоваться наименьшими удельными энергетическими затратами, обеспечит возможность нанесения покрытий большой площади простыми техническими средствами, позволит достаточно легко управлять параметрами процесса и будет иметь ряд других достоинств, характерных для процесса гальванического формирования покрытий.

Эти обстоятельства стимулировали ряд поисковых работ в данном направлении, в результате которых была показана принципиальная возможность электросинтеза углеродных пленок путем электрического воздействия на органические растворители (метанол, этанол, этиленгликоль, диметилформамид, ацето-

нитрил) [1.2]. При этом, как правило, использовалось высокое напряжение (800...2400 В), в том числе импульсно-модулированное частотой 7 КГц. С другой стороны, известна принципиальная возможность получения DLC пленок электролизом ацетилена, растворенного в жидком аммиаке при -55°C [3]. Основные режимы этих процессов сильно отличаются от используемых в классической прикладной электрохимии и за счет этого теряют преимущества, упомянутые выше.

В этой связи определенный интерес представляет недавно, предложенный нами подход к осаждению углеродных пленок в результате анодного окисления ацетиленид лития (LiOCH) в растворе диметилсульфоксида (DMSO) при комнатной температуре в потенциостатическом либо гальваностатическом режимах при относительно невысоких уровнях электродной поляризации (потенциал по отношению к насыщенному хлорсеребряному электроду сравнения находился в пределах 1,0...2,5 В) [4]. В этой работе хотя и была показана принципиальная возможность электросинтеза углеродных пленок, однако скорость процесса была крайне мала, структура пленок была недостаточно понятна, и потенциальные возможности такого метода осаждения были неопределенными.

В развитие данного подхода нами разработан ряд более совершенных составов электролита для электросинтеза углеродных пленок, улучшена методика их осаждения и с использованием наиболее приемлемого для идентификации структуры углеродных пленок метода КР спектроскопии показано, что электрохимический метод позволяет получить достаточно качественные DLC пленки (прекурсоры наноструктурированного алмаза), на основе которых в результате термообработки получены углеродные пленки со структурой алмаза практически без примесей иных форм углерода.

Согласно данным РФЭС, пленки, электроосажденные из раствора $\text{LiC}\equiv\text{CH}$ / DMSO на подложку из нержавеющей стали EN 1.4301 (ASTM 304), характеризуются поверхностным со-

держанием углерода 81...84%, кислорода 15... 17%, серы 1... 2 %. Толщина пленок, по данным атомно-силовой микроскопии (AFM), составляет около 0,4...1,0мкм в зависимости от плотности тока и времени осаждения. Покрyтия являются однородными, практически беспористыми, с хорошей адгезией к металлической подложке. На спектрах КР имеются характерные пики - узкий (G-пик) при 1572 см⁻¹ и более широкий пик в области 1438 см⁻¹, разлагающийся на две гауссовы компоненты с максимумами при 1367 см⁻¹ (D-пик) и 1458 см⁻¹. Исходя из положения пиков и соотношения их интенсивностей, можно заключить, что пленки, не подвергавшиеся термообработке, содержат 65... 75 % sp³ и 35... 25 % sp² гибризованного углерода. После их прогрева при 500...600°C формируются нано- и микрокристаллиты с алмазной структурой, хорошо различимой на AFM снимках и однозначно идентифицируемой по линиям (111) и (220) на рентгенограммах. В спектрах КР таких образцов постепенно пропадают D- и G-линии и в итоге остается единственная, типичная для алмаза, линия с максимумом в диапазоне 1329... 1334 см⁻¹.

Литература

1. H. Wang, M. — R. Shen, Z. — Y. Ning, et al. *Appl. Phys. Lett.*, 1996, 69, 1074.
2. D. Guo, K. Cai, L. — T. Li, et al. *Chem. Phys. Lett.*, 2000, 329, 346.
3. V. P. Novikov and V. P. Dymont. *Appl. Phys. Lett.*, 1997, 70, 200.
4. E. Shevchenko, E. Matiushenkov, D. Kochubev, D. Sviridov, A. Kokorin, A. Kulak. *Chem. Commun.*, 2001, 4, 317.