

УДК 537.534

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ ПЛАЗМЫ С ЭНЕРГИЯМИ ОТ СОТЕН ЭВ ДО ДЕСЯТКОВ кЭВ

© 2024 г. Н. Н. Андрианова^{a, b, *}, А. М. Борисов^{a, b, c}, Е. А. Воробьева^a,
М. А. Овчинников^a, В. В. Слепцов^b, Р. А. Цырков^b

^aНаучно-исследовательский институт ядерной физики имени Д.В. Скобельцына МГУ имени М.В. Ломоносова,
Москва, 119991 Россия

^bМосковский авиационный институт (Национальный
исследовательский университет), Москва, 125993 Россия

^cМосковский государственный технологический университет “СТАНКИН”,
Москва, 127055 Россия

*E-mail: ov.mikhail@gmail.com

Поступила в редакцию 26.05.2023 г.

После доработки 31.05.2023 г.

Принята к публикации 05.06.2023 г.

Экспериментально изучено воздействие высокодозного, с флюенсом $> 10^{18}$ см⁻², облучения ионами водорода, гелия и неона с энергией от нескольких сотен эВ до 30 кэВ на морфологию поверхности углеродного волокна из полиакрилонитрила (ПАН). Магнетронное распыление ионами низких, менее 1 кэВ энергий углеродных волокон приводит к формированию на поверхности вискероподобного рельефа. Такого типа рельеф при облучении ионами с энергией 30 кэВ образуется на начальной стадии высокодозного облучения при флюенсах $\sim 10^{16}$ см⁻². При больших флюенсах $> 10^{18}$ см⁻² в зависимости от сорта ионов формируются субмикронные продольные или поперечные гофры. Полученные результаты обсуждаются в рамках существующих моделей образования ионно-индуцированных морфологических элементов на поверхности графитоподобных материалов.

Ключевые слова: углеродное волокно из полиакрилонитрила, ионное облучение, магнетронное распыление, ионы H₂⁺, He⁺, Ne⁺, радиационные смещения, морфология поверхности, вискеры, гофрирование

DOI: 10.56304/S2079562923030028

ВВЕДЕНИЕ

Обращенные к плазме материалы в термоядерных установках подвергаются облучению ионами широкого спектра энергий, от единиц эВ до нескольких МэВ [1, 2]. Несмотря на единый механизм радиационных смещений в упругих атомных столкновениях, морфологические изменения поверхности материалов могут сильно зависеть от энергии ионов [3]. Важной особенностью радиационного воздействия на графитоподобные материалы являются значительные анизотропные радиационно-индуцированные размерные изменения: усадка в направлении графеновых плоскостей и разбухание в перпендикулярном направлении [4, 5]. Возникающие в результате размерных изменений напряжения сжатия и растяжения приводят к пластическим деформационным процессам, что выражается в проявлении вторичных эффектов из-

менения морфологии в виде как образования различных типов трещин в глубине материала [6, 7], так и формированию на поверхности радиационно-индуцированного рельефа [6–15]. В зависимости от типа графитоподобного материала, типа налетающих частиц, их энергии и наклона значительно изменяется как масштаб, так и геометрическая форма рельефа. В настоящей работе экспериментально изучали воздействие на морфологию поверхности облучения ионами водорода, гелия и неона при магнетронном распылении углеродного волокна из полиакрилонитрила (ПАН). Средняя энергия ионов при магнетронном разряде составляет несколько сотен электронвольт (см., например, [16]). Полученные результаты сравниваются с модифицированием волокна ионами более высоких энергий 10–30 кэВ, когда высокодозное облучение углеродного волокна из

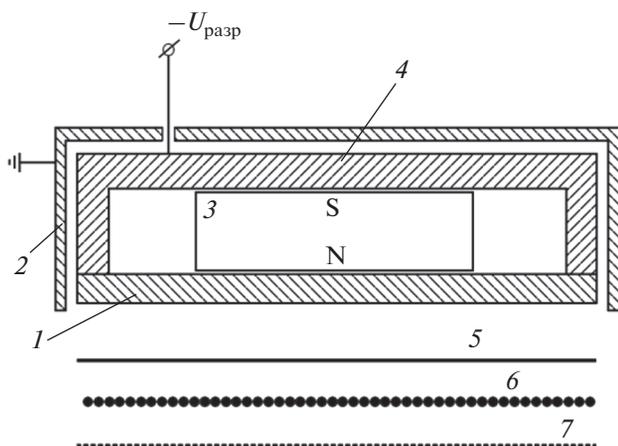


Рис. 1. Схема экспериментальной магнетронной разрядной ячейки: 1 – катод, 2 – анод, 3 – постоянный магнит, 4 – ферромагнитный корпус, 5 – титановая фольга, 6 – углеродное волокно, 7 – вольфрамовая сетка.

ПАН при температурах выше температуры динамического отжига радиационных нарушений (выше 100°C) приводит к поперечному или продольному относительно оси волокна субмикронному гофрированию поверхности [9, 17–20].

ЭКСПЕРИМЕНТ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Мишенями в эксперименте служили образцы из углеродной ленты “Кулон” из углеродного волокна на основе ПАН. Облучение ионами с энергиями сотни эВ проводили на стенде напыления проводящих покрытий SPI Module Sputter\Carbon coater с использованием магнетронной приставки. На катод магнетрона устанавливали пластинку из титана и образец волокна, который закрепляли вольфрамовой сеткой, рис. 1. Низкая теплопроводность титана обеспечивала нагрев углеродного волокна в процессе разряда более 100°C. Облучение с флюенсом $\sim 10^{18}$ см⁻² занимало 1 ч. Напряжение разряда $U_{\text{разр}} \approx 1$ кВ при токах разряда 20–25 мА. Давление рабочих газов (водорода, гелия и неона) в разрядной камере не превышало $2 \cdot 10^{-1}$ Па. Облучение ионами H_2^+ , He^+ , Ne^+ с энергией 30 кэВ проводили на масс-монохроматоре НИИЯФ МГУ [21]. Держатель мишени с резистивным нагревателем позволял варьировать температуру мишени от комнатной до 600°C. Температуру контролировали с помощью хромель-алюмелевой термопары, спай которой укрепляли на облучаемой стороне мишени вне зоны облучения. Для всех случаев облучения температура мишени была выше 100°C. Плотность ионного тока составляла 0.1–0.4 мА/см². Флюенсы облучения

были не меньше $3 \cdot 10^{18}$ см⁻². Мониторинг ионного облучения проводили путем периодической регистрации тока ионов и электронов для определения флюенса облучения и коэффициентов ионно-электронной эмиссии.

Образцы анализировали при помощи растровой электронной микроскопии (РЭМ) и лазерной гониофотометрии (ЛГФ) [18]. Микроструктуру поверхностного слоя исследовали с помощью спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) с длиной волны 473 нм на спектрометре ИНТЕГРА Спектра.

Для сравнения результатов высокодозного облучения разными ионами с различными энергиями использовали универсальную дозовую характеристику радиационного воздействия – уровень радиационных смещений v в числе смещенных атомов на атом мишени (СНА) [22]. Расчеты профиля $v(x)$ по глубине x проводили согласно [23]. По определению $v(x) = \Phi \sigma_{\text{dam}}(x)$, где $\Phi = \phi t$ (плотность потока ионов ϕ и время облучения t) – флюенс облучения, σ_{dam} – сечение радиационного повреждения [22]. Расчеты профилей $\sigma_{\text{dam}}(x)$ проводили с помощью программы SRIM [23]. При распылении поверхности и, соответственно, движении границы поверхности при облучении приведенное выше выражение $v(x) = \Phi \sigma_{\text{dam}}(x)$ можно использовать или при малых флюенсах облучения, или при незначительном коэффициенте распыления Y . При больших флюенсах $\Phi > R_d n_0 / Y$, где R_d – глубина образования дефектов, n_0 – атомная концентрация мишени, устанавливается стационарный профиль смещений [24, 25]

$$v_{\text{ст}}(x) = \frac{n_0}{Y} \int_x^{R_d} \sigma_{\text{dam}}(x') dx'$$

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

РЭМ-изображения углеродного волокна после ионного облучения в магнетронной распылительной системе и на масс-монохроматоре приведены на рис. 2.

Исходно гладкий рельеф поверхности волокна для всех случаев ионного облучения в магнетронной распылительной системе с энергией ~ 0.8 кэВ при температуре $> 100^\circ\text{C}$ становится столбчато-игльчатым, вискероподобным, рис. 2а, 2в, 2д. Наибольшая высота вискеров до 1 мкм с диаметром основания не более 0.1 мкм наблюдается при облучении ионами неона (флюенс $1 \cdot 10^{18}$ Ne/см²), рис. 2а. Вискеры при облучении ионами гелия (флюенс $1 \cdot 10^{18}$ He/см²) получаются по высоте несколько меньшими ~ 0.3 мкм, рис. 2в. Еще меньшими по высоте, не более 0.1 мкм получают вискеры при облучении ионами водорода (флюенс $2 \cdot 10^{18}$ H₂/см²), рис. 2д. При этом их плотность на

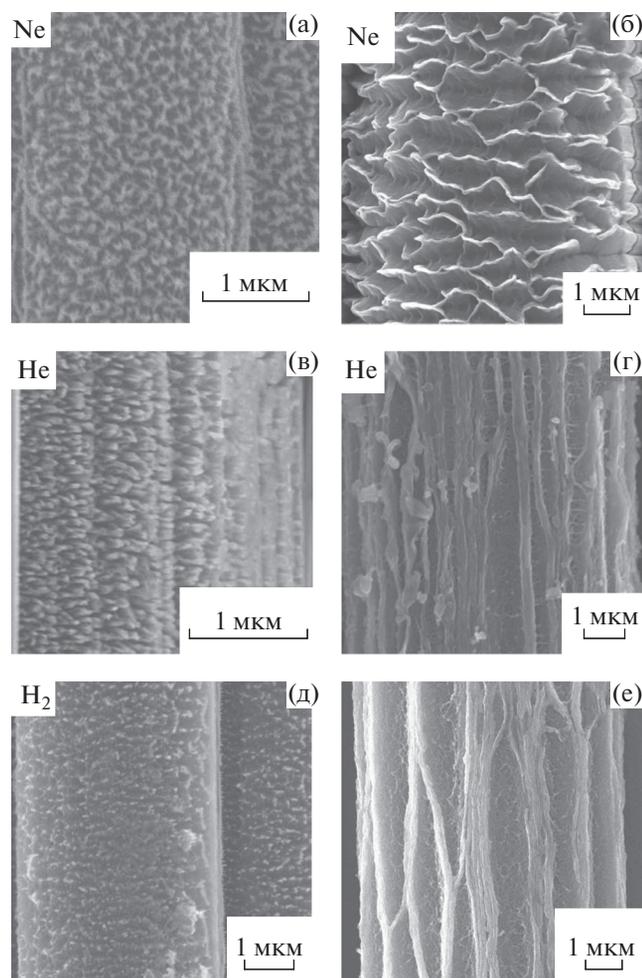


Рис. 2. РЭМ-изображения углеродного волокна из ПАН после магнетронного распыления (а, в, д) и облучения ионами с энергией 30 кэВ (б, г, е).

поверхности оказалась существенно меньшей, чем для других ионов. Надо отметить, что помимо столбчато-игольчатых образований на поверхности наблюдали также типичный для наклонного падения ионов на мишени волнообразный наноразмерный рельеф.

Высокодозное облучение ионами H_2^+ , He^+ и Ne^+ с энергией 30 кэВ при температуре $> 100^\circ C$ приводит к субмикронному гофрированию волокна с перпендикулярными оси волокна ребрами гофров при облучении ионами неона с флюенсом $3.1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ (рис. 2б) и продольным относительно оси волокна гофрам при облучении ионами водорода и гелия с флюенсом $6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ (рис. 2г, 2е). Основными параметрами гофрированной структуры могут служить линейный период гофров L и углы наклона граней гофров β_1 и β_2 (рис. 3).

РЭМ изображения позволяют провести количественные оценки периода L гофров, а данные лазерной гониофотометрии – оценить характерные углы наклона граней. Для симметричных гофров $\beta_1 \approx \beta_2 = \beta$, и принимая $L = L_r$, высота гофров $H \approx 1/2 L \text{tg} \beta$. Для облучения ионами Ne^+ средние значения углов наклона гофров 40° , периода – 1 мкм и высоты – 0.4 мкм. После облучения ионами He^+ и образования гофров с гребнями, параллельных оси волокна с расстоянием между гофрами около 500 нм (рис. 2г), распределение $f(\beta)$ в этой же плоскости мало отличается от $f(\beta)$ для волокна до облучения.

На рис. 4 приведены спектры КРС, отражающие структурное состояние поверхностного слоя углеродного волокна до и после ионного облучения при условиях, приводящих к трем описанным видам ионно-индуцированной морфологии. Спектры КРС необлученного углеродного волок-

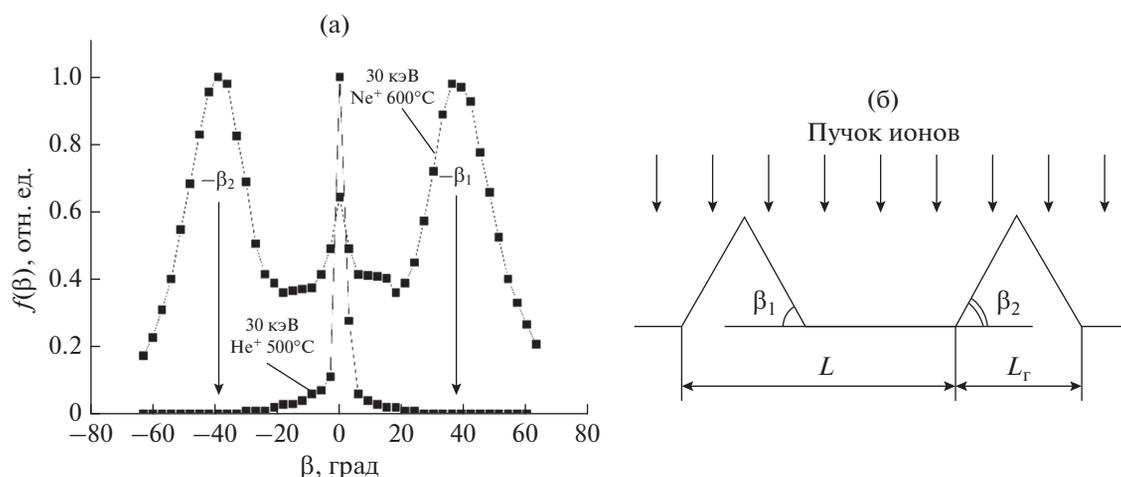


Рис. 3. Распределения локальных углов наклона микрограней $f(\beta)$ на поверхности углеродного волокна после облучения ионами Ne^+ и ионами He^+ с энергией 30 кэВ и флюенсом $6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ (а) и схема геометрии гофрированной структуры [18] (б).

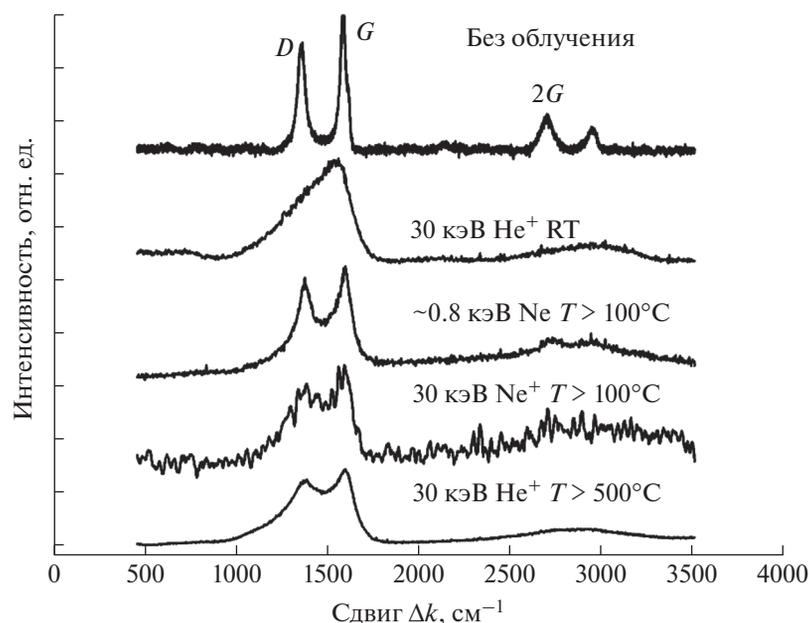


Рис. 4. Спектры КРС углеродного волокна из ПАН до и после ионного облучения в магнетронной распылительной системе и на масс-монохроматоре.

на содержат два основных пика первого порядка: пик G (графитовый пик) при $\Delta k \sim 1580 \text{ см}^{-1}$ и пик D , обусловленный несовершенством кристаллической структуры при $\Delta k \sim 1350 \text{ см}^{-1}$, а также соответствующие им пики второго порядка: $2D$ пик (обертон D пика) и др. [26, 27]. Доминирование G -пика в спектре КРС необлученного углеродного волокна указывает на упорядоченную кристаллическую структуру оболочки. Спектры КРС облученных образцов для всех трех видов ионно-индуцированной морфологии показывают уширение пиков и увеличение интенсивности D -пика. Такая трансформация спектров КРС при ионном облучении является характерной для графитов и связывается со значительной концентрацией радиационных дефектов в облученном слое [28], при этом сам слой остается графитоподобным. Аморфизация поверхностного углеродного слоя приводит в спектрах КРС к широкому куполу вместо разделенных G и D пиков и наблюдается при высоких флюенсах ионного облучения и температурах ниже температуры динамического отжига радиационных нарушений (на рис. 4 спектр КРС для 30 кэВ He^+ RT, флюенс облучения $6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$). Таким образом, повышенная, более 100°C , температура образцов в описываемых экспериментах обеспечивала динамический отжиг радиационных нарушений и сохранение графитоподобной структуры для всех рассматриваемых условий облучения.

Кардинальное различие морфологий при облучении ионами низких (≤ 1 кэВ) и более высоких (10–30 кэВ) энергий показывает, что вискероподобная морфология, качественно дополняя раз-

нообразии ионно-индуцированных морфологий на поверхности углеродного волокна из ПАН, предполагает существенные различия в механизмах их формирования. При этом рассмотрение существующих моделей показывает, что все они основаны на фундаментальном процессе образования пар Френкеля смещенный атом – вакансия в каскадах упругих атомных соударений при торможении ионов.

Закономерности и механизмы образования ионно-индуцированных вискерообразных структур на поверхности твердых тел при низких, около 1 кэВ, энергиях ионов анализировали в [13, 14, 29]. Для графитовых материалов в [13, 14] рассматривали механизмы образования за счет движения атомов мишени в электрическом поле, диффузионного роста кристалла на внутренних дефектах и релаксации напряжений при рекристаллизации. При этом процесс роста вискерообразных структур на графите представляли как двухстадийный, с быстрым ростом на отдельных дефектах вплоть до критической длины и диаметра и последующим ростом за счет миграции атомов углерода на поверхности. Эксперимент показал, что примеси значительно уменьшают плотность вискерообразных структур на поверхности. Образование и рост вискерообразных структур на поверхности при ионно-лучевом воздействии на полупроводники исследовали в [29]. Проводили сравнение морфологии поверхности фосфида индия при распылении монохроматическими пучками ионов аргона с энергией от 0.1 до 15 кэВ. Было обнаружено, что уменьшение энергии до ~ 1 кэВ приводит к образованию вискероподобной структуры. Увеличение энер-

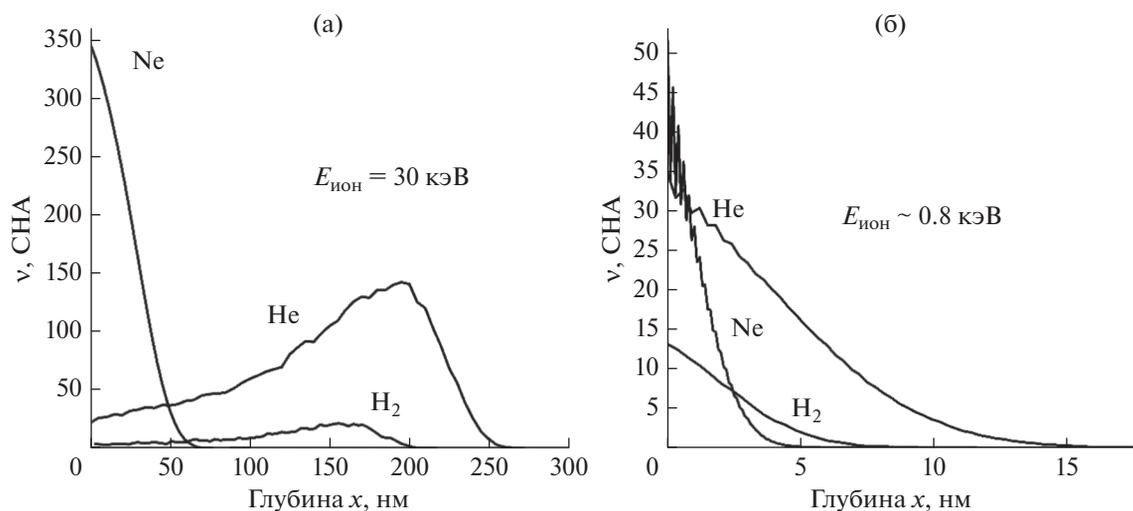


Рис. 5. Профили радиационных смещений на атом $v(x)$ для условий облучения, соответствующих экспериментальным данным на рис. 2: при облучении ионами на масс-монохроматоре (а) и в магнетронной разрядной ячейке (б).

гии до 15 кэВ приводило к образованию конусов на поверхности.

В целом, наблюдаемая вискеризация поверхности углеродного волокна при магнетронном распылении соответствует закономерностям образования вискеро́в на графитовой поверхности облучения ионами с энергией около 1 кэВ в [13, 14], а разработанные в [14, 29] модели процесса могут использоваться для определения условий получения заданного вискерообразного рельефа. При этом надо учесть, что при магнетронном распылении ионный поток на катод характеризуется сплошным спектром энергий с максимумом при $0.7 eU_{\text{разр}}$ и ограниченным энергией $eU_{\text{разр}}$.

Проведенное выше на рис. 2 сравнение показывает, что десятикратное увеличение энергии ионов приводит к качественному изменению ионно-индуцированного рельефа. Вместо наноразмерных вискеро́в при низких энергиях ионов при больших энергиях ионов формируются субмикронные гофры с поперечной и продольной ориентацией ребер гофров относительно оси волокна в зависимости от сорта ионов. Согласно [9, 17–20], образование субмикронной гофрированной поверхности углеродных волокон из ПАН обусловлено анизотропными размерными изменениями в облучаемых графитовых кристаллитах, приводящими к механическим напряжениям в поверхностном слое и их последующей релаксации с участием пластической деформации двойникованием [6, 11, 12, 19]. Характер механических напряжений (сжатие или растяжение) и их релаксация определяются формой профиля радиационных смещений в числе смещений на атом $v(x)$. На рис. 5а приведены профили смещений $v(x)$, соответствующие случаям гофрирования, показанным на рис. 2б, 2г, 2е.

При облучении ионами неона с энергией 30 кэВ максимум смещений приходится на поверхность. Это приводит к поперечному гофрированию с ребрами гофров, перпендикулярными оси волокна, рис. 2б. При продольном гофрировании ионами гелия с энергией 30 кэВ с ребрами гофров, параллельными оси волокна (рис. 2г, 2е), максимум $v(x)$ находится под поверхностью на расстоянии близким к проективному пробегу ионов. Явление поперечного гофрирования имеет порог по энергии ионов, ниже которого гофрирование поверхности не происходит. Соответствующее значение порога по числу смещений v на поверхности в интервале температур облучаемой мишени 200–600°C приходится на диапазон значений 50–75 СНА [18]. Можно предположить, что существование порога по числу v обуславливает наблюдаемое качественное различие ионно-индуцированной морфологии при низких и высоких энергиях. В пользу этого предположения говорят оценки профилей смещений $v(x)$ для условий магнетронного распыления, представленные на рис. 5б. Видно, что максимум смещений v во всех случаях меньше пороговых значений субмикронного гофрирования. Видно также, что число смещений для случая облучения ионами водорода кратно меньше, чем для других ионов. Это коррелирует как с наблюдаемыми в настоящем эксперименте различиями вискеризации выбранными ионами, так и с факторами развития вискеро́в, описанными в [9, 29].

Ограничение числа смещений при высоких флюенсах происходит из-за движения границы поверхности при ее распылении и установлении квазистационарного режима распыления с неизменяющимся профилем смещений $v(x)$ при увеличении флюенса облучения. В процессе облучения с

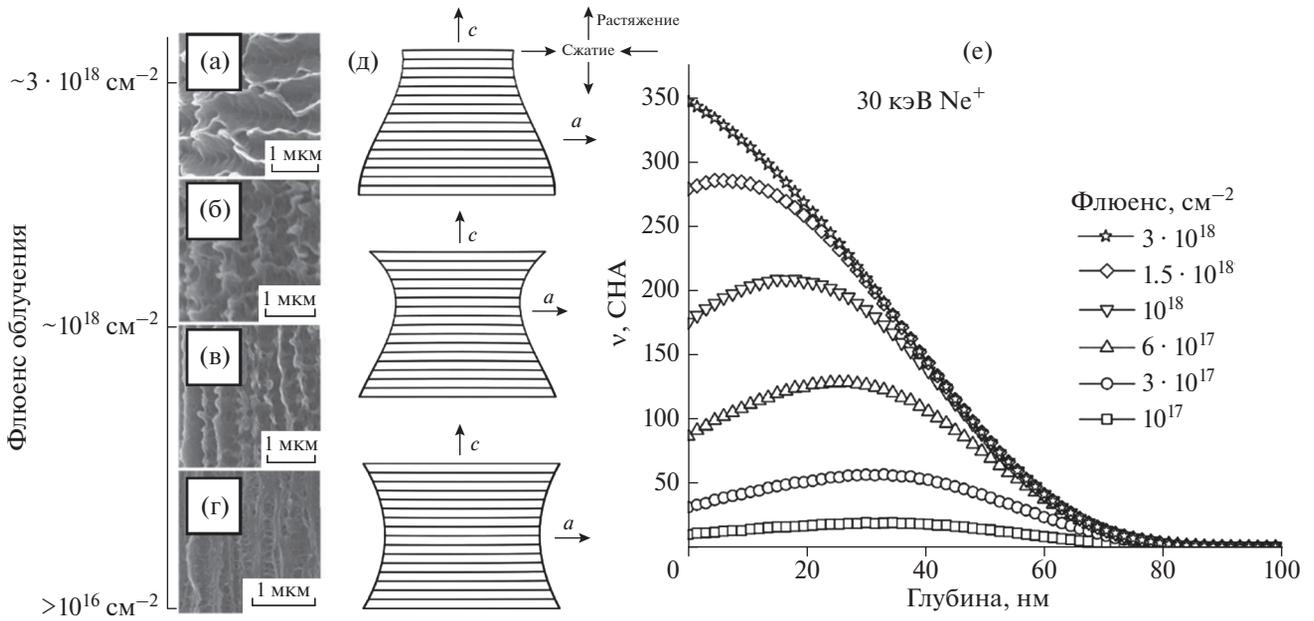


Рис. 6. РЭМ изображения эволюции рельефа поверхности при увеличении флюенса облучения ионами Ne⁺ с энергией 30 кэВ (а, б, в, г); схема усадки кристаллитов графита в зависимости от положения максимума радиационных нарушений СНА (д); профили $v(x)$ для различных флюенсов облучения (е).

ростом флюенса происходит значительная трансформация профиля $v(x)$, показанная на рис. 6е для случая облучения ионами неона с энергией 30 кэВ. В начале облучения профиль соответствует форме кривой сечения радиационных нарушений $\sigma_{\text{dam}}(x)$ с максимумом, приходящимся приблизительно на глубину проективного пробега ионов. С увеличением флюенса происходит общий рост числа смещений и смещение максимума кривой $v(x)$ к поверхности. После распыления слоя толщиной более глубины образования дефектов R_d устанавливается стационарный профиль $v(x)$ с максимумом на поверхности (флюенс $3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ на рис. 6). Такая трансформация профиля $v(x)$ предполагает образование всех видов описанных морфологий при росте флюенса облучения. Это качественно подтвердилось при исследовании в РЭМ различных участков облученной ионами неона с энергией 30 кэВ поверхности образца со средним значением флюенса $3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$. Соответствующие РЭМ изображения с оценкой флюенса облучения различных участков поверхности в предположении гауссового профиля ионного пучка приведены на рис. 6. Видно, что при флюенсах $10^{16} - 10^{17} \text{ см}^{-2}$ облучение приводит к продольным относительно оси волокна гофрам, как и при облучении водорода и гелия с энергией 30 кэВ (рис. 2б, 2г). При этом также как при облучении водородом и гелием максимум профиля $v(x)$ находится в глубине мишени. Величина смещений в максимуме близка к значениям водорода.

Из рис. 6 видно, что при флюенсах $10^{17} - 10^{18} \text{ см}^{-2}$ на продольных гребнях гофров наблюдается вискероподобная структура (рис. 6в). Сравнение указывает ее схожесть с вискеризованными структурами, получаемыми при облучении на магнетронной распылительной системе с энергией $\sim 1 \text{ кэВ}$. Сопоставимыми при этом являются также величины радиационных смещений на поверхности в этих случаях. Дальнейшее увеличение флюенса ($> 10^{18} \text{ см}^{-2}$) приводит к укрупнению вискеров (рис. 6б) и формированию гофров (рис. 6а).

Определяющее значение формы профиля радиационного повреждения $v(x)$ на ионно-индуцированное гофрирование углеродных волокон из ПАН может быть объяснено особенностями механических напряжений в ионно-облученном поверхностном слое, рассмотренными в [19] с учетом надмолекулярной (надкристаллической) структуры углеродного волокна на основе ПАН из ориентированных вдоль оси волокна ламеллярных кристаллитов графита. В качестве причины возникновения механических напряжений рассматривалась схематично показанная на рис. 6д неоднородная усадка в базисных плоскостях кристаллитов за счет зависящих от глубины радиационных смещений $v(x)$. Если профиль $v(x)$ не монотонный, с максимумом под поверхностью, то наибольшая усадка также происходит в глубине. Возникающие напряжения компенсируются двойникованием в глубине кристалла. Объемная усадка кристаллитов вызывает локальный изгиб поверхности. Надмолекулярная ламеллярная структура оболочки

определяет вытянутую форму ионно-индуцированных поверхностных морфологических структур вдоль оси волокна. При достаточно больших флюенсах, как в случае облучения ионами гелия и водорода с энергией 30 кэВ на поверхности могут образовываться гребни с крутыми стенками, ориентированными вдоль оси волокна (рис. 2).

При смещении максимума профиля $v(x)$ к поверхности основная усадка и механические напряжения происходят практически на поверхности, что приводит к образованию двойниковых кристаллов в виде вискеро-подобного рельефа. При увеличении флюенса облучения максимальные на поверхности механические напряжения будут приводить к деформации пластического сдвига в затравочных двойниках, базисные плоскости которых образуют с поверхностью углы двойникования от 30 до 50°. В результате двойники кристаллов укрупняются и растут на поверхности в виде призматических гофров с наклоном граней к поверхности от 30 до 50°.

Таким образом, установленная взаимосвязь рассчитываемых профилей радиационных смещений с видом ионно-индуцированной морфологии открывает возможности прогноза воздействия ионного воздействия на поверхность углеродных волокон из ПАН различных ионов с широким диапазоном энергий и флюенсов. В этой связи необходимо отметить, что модификация поверхности углеродных волокон является актуальной проблемой при создании новых композиционных материалов [4, 30, 31]. Механические свойства композитов зависят в большой степени от адгезии между волокном и матрицей, которая в свою очередь определяется свойствами поверхности волокна. Для улучшения совместимости матрицы и армирующих волокон применяют вискеризацию волокна, имеющую перспективы для улучшения прочностных характеристик композитов [32, 33]. В частности, проведенные в работе [34] исследования показали, что вискеризация волокна углеродными нанотрубками приводит к двукратному увеличению межфазной прочности композитного материала при продольном сдвиге по сравнению с обычным волокнистым композитом. Продемонстрированная в настоящей работе вискеризация углеродного волокна ионным облучением может стать серьезной альтернативой сложным и дорогим методам вискеризации путем выращивания на поверхности углеродного волокна нанотрубок и нановолокон. Практический интерес также представляет ионно-лучевое гофрирование углеродных волокон из ПАН, которое удалось получить на высокопроизводительных технологических ускорителях с анодным слоем при высокодозном облучении ионами гелия со средней энергией 3 кэВ [35]. Высокой производительностью характеризуются также системы магнетронного распыления за счет большой площади облучаемой мишени-катода и значительной плотности ионного потока на катод.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Экспериментально изучено воздействие высокодозного, с флюенсом $>10^{18}$ см⁻² облучения ионами водорода, гелия и неона с энергией от нескольких сотен эВ до 30 кэВ на морфологию поверхности высокодозного углеродного волокна из полиакрилонитрила.

Магнетронное высокодозное распыление ионами низких, менее 1 кэВ энергий углеродных волокон приводит к формированию на поверхности вискеро-подобного рельефа. Такого типа рельеф при облучении ионами с энергией 30 кэВ образуется на начальной стадии высокодозного облучения при флюенсах $\sim 10^{16}$ см⁻². При больших флюенсах $>10^{18}$ см⁻² в зависимости от сорта ионов формируются субмикронные продольные или поперечные гофры.

Рассмотрение образования ионно-индуцированных морфологических элементов на поверхности графитоподобных материалов в рамках существующих моделей показывает, что фундаментальный процесс радиационных смещений при ионном облучении может в зависимости от профиля смещений приводить к формированию как вискеро-подобной морфологии, так и к субмикронному гофрированию.

БЛАГОДАРНОСТИ

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 21-79-30058). В работе использовано оборудование Центра коллективного пользования МГТУ «СТАНКИН» и «Ускорительного комплекса МГУ».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. Roth J. // Suppl. J. Nucl. Mater. 1991. V. 1. P. 63.
2. Was G.S. Fundamentals of Radiation Materials Science. 2nd Ed. 2014. New York: Springer-Verlag.
3. Begrambekov L.B., Zakharov A.M., Telkovsky V.G. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res., Sect. B. 1996. V. 115 (1-4). P. 456.
4. Virgil'ev Yu.S., Kalyagina I.P. // Inorg. Mater. 2004. V. 40. P. S33.
5. Burchell T.D. // MRS Bull. 1997. V. 22 (4). P. 29.
6. Liu D. et al. // Carbon. 2021. V. 173. P. 215.
7. Hinks J.A. et al. // Carbon. 2014. V. 68. P. 273.
8. Puntakov N.A., Begrambekov L.B., Grunin A.V. // J. Phys.: Conf. Ser. 2020. V. 1713. P. 012037.
9. Andrianova N.N. et al. // Horizons in World Physics. 2013. V. 280. P. 171.
10. Bacon D.J., Rao A.S. // J. Nucl. Mater. 1980. V. 91. P. 178.
11. Tanabe T. // Phys. Scr. 1996. V. T64. P. 7.
12. Annis B.K., Pedraza D.F., Withrow S.P. // J. Mater. Res. 1993. V. 8. P. 2587.
13. Floro J.A., Rossnagel S.M., Robinson R.S. // J. Vac. Sci. Technol. A. 1983. V. 1 (3). P. 1398.

14. *Van Vechten J. A. et al.* // *J. Cryst. Growth*. 1987. V. 82 (3). P. 289.
15. *Habenicht S.* // *Phys. Rev. B*. 2001. V. 63 (12). P. 125419.
16. *Погов А.В. и др.* // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Термоядерный синтез*. 2011. № 4. С. 65.
17. *Andrianova N.N. et al.* // *J. Surf. Investig. X-Ray, Synch. Neutron Tech*. 2008. V. 2 (3). P. 376.
18. *Andrianova N.N. et al.* // *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys*. 2020. V. 84 (6). P. 707.
19. *Andrianova N.N. et al.* // *Vacuum*. 2021. V. 188. P. 110177.
20. *Andrianova N.N. et al.* // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2019. V. 1396. P. 012003.
21. *Mashkova E.S., Molchanov V.A.* *Medium-Energy Ion Reflection from Solids*. 1985. Amsterdam: North-Holland.
22. *Ehrhart P., Schilling W., Ullmaier H.* *Radiation Damage in Crystals*. *Encycl. Appl. Phys.* 2003. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.
23. *Ziegler J.F., Biersack J.P.* *SRIM*. 2013. <http://www.srim.org>.
24. *Carter G., Webb R., Collins R.* // *Rad. Eff.* 1978. V. 37. P. 21.
25. *Andrianova N.N. et al.* // *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B*. 2013. V. 315. P. 117.
26. *Ferrari A.C., Robertson J.* // *Phys. Rev. B*. 2000. V. 61 (20). P. 14095.
27. *Pimenta M.A. et al.* // *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2007. V. 9 (11). P. 1276.
28. *Niwase K.* // *Int. J. Spectrosc.* 2012. P. 197609.
29. *Soshnikov I.P. et al.* // *Tech. Phys.* 2001. V. 46. 892.
30. *Dresselhaus M.S. et al.* *Graphite Fibers and Filaments*. 1988. Springer-Verlag.
31. *Gibson R.F.* // *Compos. Struct.* 2010. VV. 92 (12). P. 2793.
32. *Romanov V.S. et al.* // *Carbon*. 2015. V. 82. P. 184.
33. *Sager R.J. et al.* // *Compos. Sci. Technol.* 2009. V. 69. P. 898.
34. *Song Q. et al.* // *Carbon* 2012. V. 50. P. 3949.
35. *Andrianova N.N. et al.* // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2019. V. 1313. P. 012001.

Modification of Carbon Fiber Surface under Plasma Ion Irradiation with Energies from Hundreds of eV to Tens of keV

N. N. Andrianova^{1, 2, *}, A. M. Borisov^{1, 2, 3}, E. A. Vorobyeva¹,
M. A. Ovchinnikov¹, V. V. Sleptsov², and R. A. Tsyrvkov²

¹*Skobeltsyn Institute of Nuclear Physics, Moscow State University, Moscow, 119991 Russia*

²*Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, 125993 Russia*

³*Moscow State Technological University "STANKIN", Moscow, 127055 Russia*

**e-mail: ov.mikhail@gmail.com*

Received May 26, 2023; revised May 31; accepted June 5, 2023

Abstract—The effect of high-dose, with a fluence $>10^{18} \text{ cm}^{-2}$, irradiation by hydrogen, helium and neon ions with energies from several hundred eV to 30 keV on the surface morphology of polyacrylonitrile (PAN) based carbon fibers has been experimentally studied. Magnetron sputtering with ions of low, less than 1 keV, energies of carbon fibers leads to the formation of a whisker-like relief on the surface. Such relief at irradiation with 30 keV ions is formed at the initial stage of high dose irradiation at fluences $\sim 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. At higher fluences $>10^{18} \text{ cm}^{-2}$ depending on the sort of ions submicron longitudinal or transverse corrugations are formed. The obtained results are discussed within the framework of existing models of formation of ion-induced morphological elements on the surface of graphite-like materials.

Keywords: polyacrylonitrile based carbon fibers, ion irradiation, magnetron sputtering, H_2^+ , He^+ , Ne^+ ions, radiation damage, surface morphology, whiskers, corrugation