

## **Etapa II. Prepararea si caracterizarea filmelor de materiale mixte de W/C continand H si D.**

In aceasta etapa partenerul INFLPR (P1) a efectuat activitati de depunere de filme subtiri de materiale mixte de W/C, folosind procesul de depunere secventiala. Filmele au fost depuse folosind trei seturi de valori ale parametrilor temporali (duratele de expunere a substratului la fiecare dintre cele doua surse de plasma), folosind diverse concentratii ale deuteriului in amestecul gazos uzual in depunerea secventiala (Ar in timpul depunerii de metal si Ar/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pe durata depunerii componentei carbonice a filmului). Valorile debitelor masice ale D<sub>2</sub> au fost stabilite prin studiile de spectroscopie optica de emisie ale celor doua descarcari: astfel, s-a stabilit ca debitul masic al D<sub>2</sub> sa fie variat in timpul depunerilor de filme mixte in domeniul 0-20 sccm, cu pasi de 5 sccm. Pentru a evalua masura in care fiecare din cele doua procese de depunere (ale C sau ale W) contribuie la incorporarea deuteriului in materialul mixt, au fost realizate (pentru un singur set de valori al parametrilor temporali) filme unicomponent (W sau C) depuse atat in mod continuu cat si in modul secvential, folosind aceleasi seturi de valori ale concentratiei de deuteriu stabilite anterior. De asemenea, pentru a evalua posibilitatea, respectiv oportunitatea inlocuirii procesului PECVD de depunere al C cu unul de imprastiere magnetron, s-au efectuat depuneri de C prin MS dintr-o tinta de grafit, folosind ca gaze de lucru Ar, Ar/H<sub>2</sub> si Ar/D<sub>2</sub>.

O directie diferita a activitatilor acestei etape a constituit-o depunerea de filme de carbura de siliciu SiC prin imprastiere magnetron MS folosind o tinta de SiC stoichiometrica. S-a realizat un studiu parametric al procesului de depunere, depunandu-se probe pentru toate combinatiile posibile intre valorile puterii de RF (3 valori) si a debitului masic de Ar (3 valori). Suplimentar s-au efectuat depuneri de SiC, adaugandu-se in atmosfera gazoasa de lucru H<sub>2</sub>, D<sub>2</sub>, precum si amestec de H<sub>2</sub> si D<sub>2</sub>.

De asemenea, au fost realizate analize ale filmelor de material depuse (FTIR si elipsometrie).

Pentru aceasta etapa partenerul INCDFM (P2) a studiat proprietatile morfologice, structurale si a determinat concentratiile elementale din materialul de studiat: W/C mixt deuterat si SiC. Prin microscopie electronica de baleiaj s-a determinat grosimea filmelor si morfologia suprafetei acestora. Analiza chimica elementala a fost realizata prin EDX (Energy dispersive X-Ray) iar din punct de vedere structural probele au fost analizate prin difractie de raze X.

Astfel, s-a observat in cazul probelor de W/C mixt deuterat, un maxim al grosimii filmului cand in procesul de preparare se introduce un flux de 10 sccm de D<sub>2</sub>. Pe suprafete mari depunerea este uniforma cu aspect granular, cu dimensiunea grauntilor cristalini sub 50 nm. Se observa o usoara modificare a rugozitatii materialului cu timpul de depunere dar si cu adaugarea de D<sub>2</sub> in timpul procesului. In cazul probelor depuse cu adaos de D<sub>2</sub> apar aglomerari de graunti. Din analiza EDX a rezultat o crestere a concentratiei de W sau C cu cresterea timpului de depunere secvential. Variatia concentratiei de C si W pentru acelasi timp de depunere, in functie de fluxul de D<sub>2</sub> introdus in incinta in timpul depunerii, prezinta un minim de saturatie pentru C si un maxim pentru W, in cazul probelor 6W6C.

Analiza structurala a pus in evidenta caracterul dezordonat al structurii probelor de W/C mixt. In cazul probelor de SiC analiza morfologica a aratat un aspect granular uniform al

depunerii. La introducerea de Ar in incinta la flux mare apar aglomerari de graunti inasa la puteri mari (100W), densitatea aglomerarilor se diminueaza cu cresterea fluxului de Ar. In cazul introducerii unui flux de H<sub>2</sub> sau D<sub>2</sub> se observa o crestere a rugozitatii filmului, iar la adaugarea ambelor gaze in timpul depunerii filmul devine mai neted. Cresterea fluxului de Ar duce la cresterea concentratiei de Si pe seama scaderii celei de C pentru aceeasi putere. La aceste filme, adaugarea de H<sub>2</sub> nu modifica concentratiile de Si si C in material, in schimb la adaugarea de D<sub>2</sub> se modifica semnificativ.

### Determinarea prin metode IBA a continutului de H si D in probele de materiale mixte

Masuratorile s-au efectuat utilizand un fascicol de  ${}^4\text{He}^{++}$  avand o energie de 2.5 MeV furnizat de acceleratorul Tandetron de 3 MV al IFIN-HH. Probele sub forma unor filme subtiri depuse pe suporti de Si au fost montate in camera de reactie destinata masuratorilor prin tehnici IBA (Ion Beam Analysis) cu care este dotata una dintre cele trei extensii tubulare ale acceleratorului. Vidul realizat in camera de reactie in cursul masuratorilor a fost de  $10^{-7}$  Torr.

Suportul pe care au fost montate probele este parte componenta a unui goniometru de precizie care permite orientarea probelor la diferite unghiuri fata de fascicol. Spectrele energetice ale nucleelor de recul de H si D si ale particulelor  $\alpha$  retroimprastiate au fost masurate cu doi detectori de Si, unul fix si altul mobil, plasati in camera de reactie. Detectorul fix este plasat la  $165^\circ$  fata de fascicol; diametrul detectorului este de 8 mm iar distanta intre tinta si detector este de 175 mm, unghiul solid fiind de  $\Delta\Omega=1.641$  msr. Detectorul mobil poate fi plasat la orice unghi intre  $0^\circ$  si  $180^\circ$  in raport cu fascicolul; diametrul detectorului este de 8 mm iar distanta intre tinta si detector este de 100 mm, unghiul solid fiind de  $\Delta\Omega=5.000$  msr. Dispozitivul experimental, prezentat in figura 13, permite investigarea probelor simultan prin doua tehnici: RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry) si ERDA (Elastic Recoil Detection Analysis).

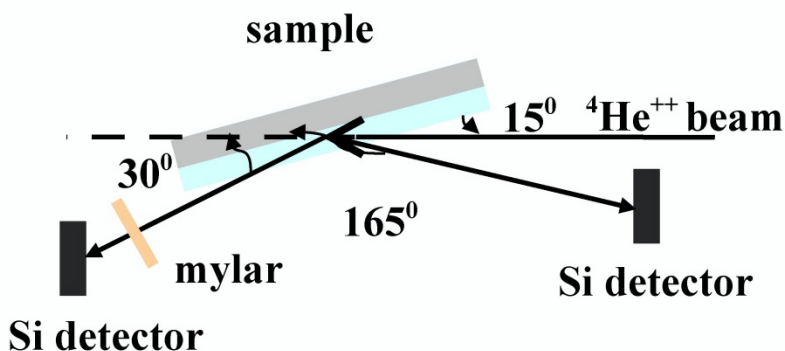


Fig. 13: Dispozitivul experimental

In timpul masuratorilor prin metoda ERDA in fata detectorului mobil plasat la  $30^\circ$  fata de fascicol s-au inserat folii de mylar avand rolul de a opri particulele  $\alpha$  imprastiate pe elementele medii si grele din probe (C, Si, W) precum si nucleele de recul mai grele decat H si D. Spectrele au fost masurate simultan cu ambii detectori; electronica utilizata a constatat din preamplificator,

amplificator linear si converter analog digital. Viteza de numarare a fost mentinuta mica, astfel ca timpul mort sa fie neglijabil. Pentru masuratori probele au fost fixate pe suportul de probe (parte componenta a goniometrului) si au fost orientate la un unghi de incidenta al fascicolului de  $75^{\circ}$  fata de normala la suprafata probei. Unghiurile detectorului fix si a celui mobil au fost de  $165^{\circ}$  si respectiv  $30^{\circ}$  fata de fascicolul incident. Pentru analiza cantitativa a spectrelor masurate s-a folosit codul SIMNRA [1]. Pentru analiza spectrelor masurate pentru refulurile de H si D s-au folosit sectiunile diferentiale  $d\sigma/d\Omega$  raportate de V. Quillet et al. [2]. Este de remarcat ca in literatura exista raportate mai multe masuratori, majoritatea pentru H. Totusi, rezultatele sunt adesea in dezacord unele cu altele sau sunt putin precise.

S-a investigat un numar mare de probe, atat filme mixte de W/C continand H si D in conditii determinate de depunere cat si filme de material unicomponent (W sau C), depuse continuu sau secvential.

### **Diseminarea rezultatelor**

1. A fost prezentata o contributie tip poster la Conferinta Internationala EMRS 2013:

-T. Acsente, A. Lazea-Stoyanova, R. Negrea , L.C. Nistor, G. Dinescu , *Multilayers of a-C:H/W deposited by plasma assisted sequential deposition method*, E-MRS SPRING MEETING 2013, Symposium S : Protective Coatings and Thin Films, 27-31 May 2013 Strasbourg, France, poster P.I.32.

2. A fost prezentata o contributie de tip poster la 11<sup>th</sup> European Conference on Accelerators in Applied Research and Technology, September 2013, Namur Belgia:

- D. Pantelica, P. Ionescu, H. Petrascu, C. R. Nita, E. Matei, T. Acsente, G. Dinescu, *Measurement of H and D in thin layers of C by elastic recoil detection*, poster P 48.

3. S-a redactat o lucrare care va apare in Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B.:

Pantelica D., Ionescu P., Petrascu H., Nita C.R., Rasoga O., Matei E., Acsente T., Dinescu G., *Characterization of hydrogenated and deuterated thin carbon films deposited by magnetron sputtering*.

### **Referinte bibliografice**

[1] SIMNRA home page, <http://ome.rzgmpg.de/~man/>

[2] V. Quillet et al., Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B83(1993)47-61