

ISSN 2224-5227

2015 • 6

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ  
ҰЛТТЫҚ ҒЫЛЫМ АКАДЕМИЯСЫНЫҢ  
**БАЯНДАМАЛАРЫ**

**ДОКЛАДЫ**

НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**REPORTS**

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES  
OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

ЖУРНАЛ 1944 ЖЫЛДАН ШЫҒА БАСТАҒАН  
ЖУРНАЛ ИЗДАЕТСЯ С 1944 г.  
PUBLISHED SINCE 1944



Бас редактор  
ҚР ҰҒА академигі **М.Ж. Жұрынов**

Редакция алқасы:

хим.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Әдекенов С.М.** (бас редактордың орынбасары), эк.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Әділов Ж.М.**, мед. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Арзықұлов Ж.А.**, техн. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Бишімбаев У.К.**, а.-ш.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Есполов Т.И.**, техн. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Мұтанов Г.М.**, физ.-мат.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Өтелбаев М.О.**, пед. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Пралиев С.Ж.**, геогр.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Северский И.В.**; тарих.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Сыдықов Е.Б.**, физ.-мат.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Тәкібаев Н.Ж.**, физ.-мат.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Харин С.Н.**, тарих ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Әбүсейітова М.Х.**, экон. ғ. докторы, проф., ҰҒА корр. мүшесі **Бейсембетов И.К.**, биол. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Жамбакин К.Ж.**, тарих ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Кәрібаев Б.Б.**, мед. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Локшин В.Н.**, геол.-мин. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Өмірсеріков М.Ш.**, физ.-мат. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Рамазанов Т.С.**, физ.-мат. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Садыбеков М.А.**, хим.ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Сатаев М.И.**; ҚР ҰҒА құрметті мүшесі, а.-ш.ғ. докторы, проф. **Омбаев А.М.**

Редакция кеңесі:

Украинаның ҰҒА академигі **Гончарук В.В.** (Украина), Украинаның ҰҒА академигі **Неклюдов И.М.** (Украина), Беларусь Республикасының ҰҒА академигі **Гордиенко А.И.** (Беларусь), Молдова Республикасының ҰҒА академигі **Дука Г.** (Молдова), Тәжікстан Республикасының ҰҒА академигі **Илолов М.И.** (Тәжікстан), Қырғыз Республикасының ҰҒА академигі **Эркебаев А.Э.** (Қырғызстан), Ресей ҒА корр. мүшесі **Величкин В.И.** (Ресей Федерациясы); хим.ғ. докторы, профессор **Марек Сикорски** (Польша), тех.ғ. докторы, профессор **Потапов В.А.** (Украина), биол.ғ. докторы, профессор **Харун Парлар** (Германия), профессор **Гао Энджун** (КХР), филос. ғ. докторы, профессор **Стефано Перни** (Ұлыбритания), ғ. докторы, профессор **Богуслава Леска** (Польша), философия ғ. докторы, профессор **Полина Прокопович** (Ұлыбритания), профессор **Вуйцик Вольдемар** (Польша), профессор **Нур Изура Удзир** (Малайзия), д.х.н., профессор **Нараев В.Н.** (Ресей Федерациясы)

Главный редактор  
академик НАН РК **М.Ж. Журинов**

Редакционная коллегия:

доктор хим. наук, проф., академик НАН РК **С.М. Адекенов** (заместитель главного редактора), доктор экон. наук, проф., академик НАН РК **Ж.М. Адилов**, доктор мед. наук, проф., академик НАН РК **Ж.А. Арзыкулов**, доктор техн. наук, проф., академик НАН РК **В.К. Бишимбаев**, доктор сельскохозяйств. наук, проф., академик НАН РК **Т.И. Есполов**, доктор техн. наук, проф., академик НАН РК **Г.М. Мутанов**, доктор физ.-мат. наук, проф., академик НАН РК **М.О. Отелбаев**, доктор пед. наук, проф., академик НАН РК **С.Ж. Пралиев**, доктор геогр. наук, проф., академик НАН РК **И.В. Северский**; доктор ист. наук, проф., академик НАН РК **Е.Б. Сыдыков**, доктор физ.-мат. наук, проф., академик НАН РК **Н.Ж. Такибаев**, доктор физ.-мат. наук, проф., академик НАН РК **С.Н. Харин**, доктор ист. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **М.Х. Абусейтова**, доктор экон. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **И.К. Бейсембетов**, доктор биол. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **К.Ж. Жамбакин**, доктор ист. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **Б.Б. Карибаев**, доктор мед. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **В.Н. Локшин**, доктор геол.-мин. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **М.Ш. Омирсериков**, доктор физ.-мат. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **Т.С. Рамазанов**, доктор физ.-мат. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **М.А. Садыбеков**, доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **М.И. Сатаев**; почетный член НАН РК, доктор сельскохозяйств. наук, проф., **А.М. Омбаев**

Редакционный совет:

академик НАН Украины **Гончарук В.В.** (Украина), академик НАН Украины **И.М. Неклюдов** (Украина), академик НАН Республики Беларусь **А.И.Гордиенко** (Беларусь), академик НАН Республики Молдова **Г. Дука** (Молдова), академик НАН Республики Таджикистан **М.И. Илолов** (Таджикистан), член-корреспондент РАН **Величкин В.И.** (Россия); академик НАН Кыргызской Республики **А.Э. Эркебаев** (Кыргызстан), д.х.н., профессор **Марек Сикорски** (Польша), д.т.н., профессор **В.А. Потапов** (Украина), д.б.н., профессор **Харун Парлар** (Германия), профессор **Гао Энджун** (КНР), доктор философии, профессор **Стефано Перни** (Великобритания), доктор наук, профессор **Богуслава Леска** (Польша), доктор философии, профессор **Полина Прокопович** (Великобритания), профессор **Вуйцик Вольдемар** (Польша), профессор **Нур Изура Удзир** (Малайзия), д.х.н., профессор **В.Н. Нараев** (Россия)

«Доклады Национальной академии наук Республики Казахстан» ISSN 2224-5227

Собственник: Республиканское общественное объединение «Национальная академия наук Республики Казахстан» (г. Алматы)

Свидетельство о постановке на учет периодического печатного издания в Комитете информации и архивов Министерства культуры и информации Республики Казахстан №5540-Ж, выданное 01.06.2006 г.

Периодичность: 6 раз в год. Тираж: 3000 экземпляров

Адрес редакции: 050010, г.Алматы, ул.Шевченко, 28, ком.218-220, тел. 272-13-19, 272-13-18

<http://nauka-nanrk.kz>, [reports-science.kz](http://reports-science.kz)

Адрес типографии: ИП «Аруна», г.Алматы, ул.Муратбаева, 75

©Национальная академия наук Республики Казахстан, 2015 г.

E d i t o r i n c h i e f

**M.Zh. Zhurinov**, academician of NAS RK

Editorial board:

**S.M. Adekenov** (deputy editor in chief), Doctor of Chemistry, prof., academician of NAS RK; **Zh.M. Adilov**, Doctor of Economics, prof., academician of NAS RK; **Zh.A. Arzykulov**, Doctor of Medicine, prof., academician of NAS RK; **V.K. Bishimbayev**, Doctor of Engineering, prof., academician of NAS RK; **T.I. Yespolov**, Doctor of Agriculture, prof., academician of NAS RK; **G.M. Mutanov**, Doctor of Physics and Mathematics, prof., academician of NAS RK; **M.O. Otelbayev**, Doctor of Physics and Mathematics, prof., academician of NAS RK; **S.Zh. Praliyev**, Doctor of Education, prof., academician of NAS RK; **I.V. Seversky**, Doctor of Geography, prof., academician of NAS RK; **Ye.B. Sydykov**, Doctor of Historical Sciences, prof., academician of NAS RK; **N.Zh. Takibayev**, Doctor of Physics and Mathematics, prof., academician of NAS RK; **S.N. Kharin**, Doctor of Physics and Mathematics, prof., academician of NAS RK; **M.Kh. Abuseitova**, Doctor of Historical Sciences, prof., corr. member of NAS RK; **I.K. Beisembetov**, Doctor of Economics, prof., corr. member of NAS RK; **K.Zh. Zhambakin**, Doctor of Biological Sciences, prof., corr. member of NAS RK; **B.B. Karibayev**, Doctor of Historical Sciences, prof., corr. member of NAS RK; **V.N. Lokshin**, Doctor of Medicine, prof., corr. member of NAS RK; **M.Sh. Omirserikov**, Doctor of Geology and Mineralogy, prof., corr. member of NAS RK; **T.S. Ramazanov**, Doctor of Physics and Mathematics, prof., corr. member of NAS RK; **M.A. Sadybekov**, Doctor of Physics and Mathematics, prof., corr. member of NAS RK; **M.I. Satayev**, Doctor of Chemistry, prof., corr. member of NAS RK; **A.M. Ombayev**, Honorary Member of NAS RK, Doctor of Agriculture, prof.

Editorial staff:

**V.V. Goncharuk**, NAS Ukraine academician (Ukraine); **I.M. Neklyudov**, NAS Ukraine academician (Ukraine); **A.I. Gordienko**, NAS RB academician (Belarus); **G. Duca**, NAS Moldova academician (Moldova); **M.I. Iolov**, NAS Tajikistan academician (Tajikistan); **A.E. Erkebayev**, NAS Kyrgyzstan academician (Kyrgyzstan); **V.I. Velichkin**, RAS corr.member (Russia); **Marek Sikorski**, Doctor of Chemistry, prof. (Poland); **V.A. Potapov**, Doctor of Engineering, prof. (Ukraine); **Harun Parlar**, Doctor of Biological Sciences, prof. (Germany); **Gao Endzhun**, prof. (PRC); **Stefano Perni**, Doctor of Philosophy, prof. (UK); **Boguslava Leska**, dr, prof. (Poland); **Pauline Prokopovich**, Doctor of Philosophy, prof. (UK); **Wójcik Waldemar**, prof. (Poland), **Nur Izura Udzir**, prof. (Malaysia), **V.N. Narayev**, Doctor of Chemistry, prof. (Russia)

**Reports of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.**

ISSN 2224-5227

Owner: RPA "National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan" (Almaty)

The certificate of registration of a periodic printed publication in the Committee of Information and Archives of the Ministry of Culture and Information of the Republic of Kazakhstan N 5540-Ж, issued 01.06.2006

Periodicity: 6 times a year

Circulation: 2000 copies

Editorial address: 28, Shevchenko str., of.219-220, Almaty, 050010, tel. 272-13-19, 272-13-18,

<http://nauka-nanrk.kz/> [reports-science.kz](http://reports-science.kz)

Address of printing house: ST "Aruna", 75, Muratbayev str, Almaty

© National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, 2015

**PRODUCTION OF CARBON FILMS, INCOMING GRAPHENE AND NANOTUBE BY  
MAGNETRON SPUTTERING IN THE VAPORS OF NAPHTHALENE**

**Baitimbetova B.A.,<sup>1</sup> Ryabikin Yu.A.<sup>2</sup>, Mansurov Z.A.<sup>3</sup>**

<sup>1</sup> K.I.Satpayev Kazakh national technical university, Almaty, Kazakhstan

<sup>2</sup>Institute of physics and technology, Almaty, Kazakhstan

<sup>3</sup>Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan

baitim@physics.kz

**Keywords:** graphene, an aromatic hydrocarbon, carbon nanotubes and the line width.

**Abstract.** The article shows the procedure for the preparation of graphene and carbon nanotubes included in the carbon films formed in simple, organic, reactive magnetron sputtering of graphite in an atmosphere of sublime vapor aromatic hydrocarbons including naphthalene. The film structures were investigated by atomic force microscopy, X-ray and electron paramagnetic spectroscopy. Raman spectroscopy method detected peaks of graphene with the vibrational mode (2D-zone) at a frequency of  $\sim 2728 \text{ cm}^{-1}$ . The results of studies are confirmed formation of graphene and carbon nanotubes using atomic force microscopy. This investigation has shown that when studying the spectrum of the carbon film has a contribution to the EPR line from the nanotubes and graphene. This paper gives that the results of investigation obtained samples by this technique and discuss them.

УДК 539.216; 539.2; 538.91-405

**ПОЛУЧЕНИЕ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК, ВХОДЯЩИХ ГРАФЕНА И НАНОТРУБОК  
МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ В ПАРАХ НАФТАЛИНА**

**Байтимбетова Б.А.<sup>1</sup>, Рябикин Ю.А.<sup>2</sup>, Мансуров З.А.**

<sup>1</sup>Казахский национальный технический университет им. К.И.Сатпаева, Алматы, Казахстан

<sup>2</sup>Физико-технический институт, Алматы, Казахстан

<sup>3</sup>Институт проблем горения, Алматы, Казахстан

**Ключевые слова:** графен, ароматический углеводород, углеродные нанотрубки и ширина линии.

**Аннотация.** В статье приведена методика получения графена и углеродных нанотрубок входящих в состав углеродных пленок, образующихся при простейшим, экологическим чистом, реактивном магнетронном распылении графита в атмосфере возгоняемых паров ароматических углеводородов, включая нафталин. Полученные пленочные структуры исследовались методами атомно-силовой микроскопии, рентгеновской и электронно парамагнитной спектроскопии. Методом рамановской спектроскопии наблюдается пики графена с колебательной модой (2D-зона) при частоте  $\sim 2728 \text{ см}^{-1}$ . Результаты исследований с помощью атомно-силовой микроскопии, подтверждают образование графена и углеродных нанотрубок. При изучении спектра ЭПР углеродной пленки имеется вклад в ЭПР линии от нанотрубок и графена. Приводятся результаты исследований полученных образцов по этой методике и их обсуждения.

**Введение.** Нанотехнологии подарили человечеству новый взгляд на привычные материалы, основным из которых стал углерод. Уменьшение размеров элементов в микросхемах вызвало новый интерес к углеродным и углеводородным материалам со стороны электронной промышленности [1-3]. Графен самый прочный, легкий и электропроводящий материал углеродного соединения, позволяющих рассматривать его

как потенциально перспективный материал для наноэлектроники, оптоэлектроники и некоторых других применений [4-8].

Целью настоящей работы является получение графеновых структур в возгоняемых парах ароматических углеводородов и изучение их структурных особенностей методами электронной микроскопии и рамановской и электронной парамагнитной спектроскопии.

**Изготовление образцов.** Графеновых структуры, входящих в состав углеродных пленок получены при магнетронном распылении воздействие на возгоняемые пары ароматических углеводородов [9-10]. Особенностью предлагаемого метода получения графеновых структур является использование твердых ароматических углеводородов, например нафталина с близким сродством структур к графену. При наличии на дне камеры нескольких граммов нафталина давление в камере составляло  $5 \cdot 10^{-3}$  Торр, после напуска аргона давление уменьшалось до  $6 \cdot 10^{-2}$  Торр. При этих условиях возбуждался магнетронный разряд при напряжении 200-300В и токе 150мА. В качестве подложек использовались стекло, кварц, алюминиевая пластина, нержавеющая сталь Х18Н10Т и др. Напыление проводилось от 30 минут до трех часов. В результате формировались углеродные пленки, содержащие графеновые структуры, нанотрубки и др.

### Результаты и их обсуждение

Для детального изучения морфологии поверхности применялся метод сканирующей зондовой атомно-силовой микроскопии (АСМ). В данной части работы получены изображения поверхности нержавеющей стали и тонких слоев углерода на ней.

На стеклянной подложке плотность упаковки трубок меньше в сравнении со сталью. Более благоприятные условия для образования нанотрубок происходит на подложке из нержавеющей стали в связи с наличием железа. Железо, как известно, служит катализатором для формирования углеродных наноструктур (рис. 1а,б)..

На рисунке (2а,б) видны графеновые ленты и углеродные нанотрубки образующие в процессе напыления пленки. Отчетливо видны углеродные трубки длиной около 80нм, диаметром от 80 нм и выше. Плотность упаковки нанотрубок на поверхности образца составляет около 4-5 нанотрубок на 1 мк. Микрографические изображений представляет собой лес нанотрубок строго вертикальными к поверхности подложки.

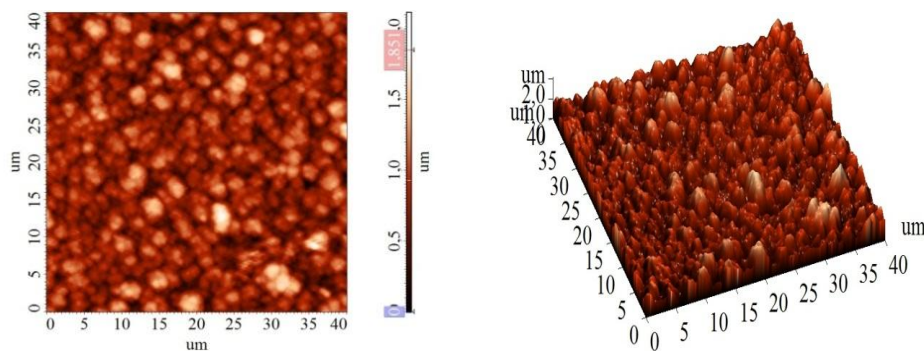


Рисунок 1- АСМ изображения поверхности углеродных пленок на подложке из стекло

Эффективной методикой для определения наличия графеновых структур является спектроскопия комбинационного рассеяния света. Известно, что по форме и интенсивности пиков однозначно определяется количество слоев графена в образце, а также некоторые структурные его параметры [11-16].

Рамановские спектры получались с помощью MT-MDT Ntegra Spectra при комнатной температуре. Спектры возбуждались полупроводниковым лазером ( $\lambda=473$  нм).

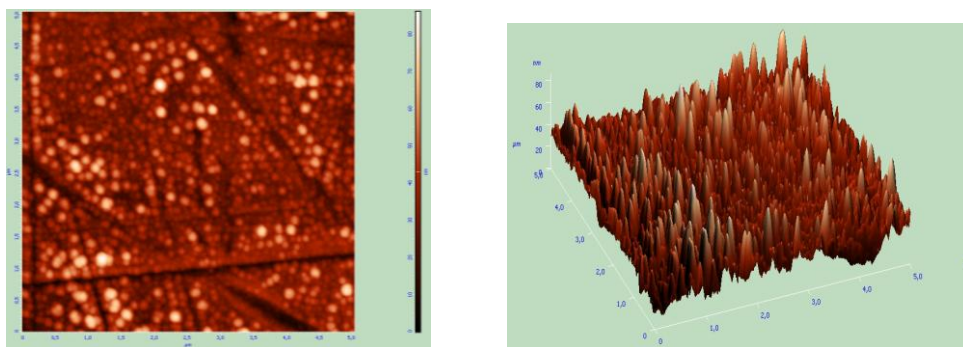


Рисунок 2- Снимок полученной в эксперименте пленки на АСМ на подложке из нержавеющей стали

Результаты рамановской спектроскопии изученных нами образцов приведены в таблице.

Таблица 1. Параметры рамановских спектров углеродных пленок, полученных в магнетронном разряде с нафталином

№	Подложки	D-линия		G-линия		2D-линия		$I_{2D}/I_G$
		$\omega$ , см <sup>-1</sup>	Ширина на полувысоте, см <sup>-1</sup>	$\omega$ , см <sup>-1</sup>	Ширина на полувысоте, см <sup>-1</sup>	$\omega$ , см <sup>-1</sup>	Ширина на полувысоте, см <sup>-1</sup>	
1	Стекло	1341	80	1580	32	2797	250	-
2	Алюминиевая пластина	1332	76	1579	28	2795	279	0,57
3	Нержавеющая сталь X18H10T	1363	13	1579	15	2728	50	0,68

Из таблицы видно, что на спектре наблюдаются G полосы в области 1350 и 1593 см<sup>-1</sup>, которые обусловлены углеродными нанотрубками. Полоса D в области 2500-2900 см<sup>-1</sup> обусловлена лентами графена. Как следует из рисунка 2 а,б длина графеновых лент больше 5 мк. Можно ожидать, что такие длинные ленты найдут широкое применение в нанoeлектронике. Анализ рамановских спектров углеродных пленок показывает, что интенсивность линий графеновых структур существенным образом зависит от природы подложки. Спектры углеродной пленки на стекле и алюминии имеют сравнительно слабую интенсивность по сравнению с большой интенсивностью на подложке из нержавеющей стали. Это связано с тем, что в составе нержавеющей стали имеется железо, которое играет роль катализатора образования графеновых структур.

Методом рентгеноструктурного анализа исследованы кристаллическая структура и фазовый состав углеродных пленок, полученных методом магнетронного реактивного распыления графита в возгоняемых парах ароматических углеводородов на подложках стекло и нержавеющей стали. Дифракционные данные (углы ( $2\theta$ ), соответствующие рентгеновским линиям, интенсивности ( $I$ ) линий, полуширины рентгеновского пика на высоте -FWHM ( $\epsilon$ ), рентгенометрические картотеки ASTM (American society for testing and materials), межплоскостные расстояния ( $d$ ), соответствующие рентгеновской линии углеродных пленок на подложках из стекла, нержавеющей стали X18H10T и чистой подложки без пленки из нержавеющей стали X18H10T приведены в таблице 2.

На рентгенограмме от углеродной пленки на подложке из стекла наблюдается дифракционные линии соответствующие рентгеноаморфной фазе. Одно из них с максимумом в области  $2\theta=25^\circ$  относится к подложке рентгеноаморфному стеклу. Большое по величине интенсивности гало, принадлежащее стеклу, получено из-за очень тонкого слоя осажденной рентгеноаморфной фазы. Два других с максимумами в области углов  $2\theta=43^\circ$  и  $2\theta=63^\circ$  относятся к рентгеноаморфной фазе, которая присутствует в

образце в значительном количестве. При другом условии (время напыления 1 час) эксперимента на подложке стекло наблюдается две дифракционные линии очень слабой интенсивности с межплоскостными расстояниями ( $d=2,1822\text{\AA}$  и  $d=2,0581\text{\AA}$ ), которые можно отнести к углероду гексагональной сингонии. На подложке из нержавеющей стали наблюдаются три дифракционные максимумы соответствующие структуре железа (таблица 2) приведена рентгенограмма углеродных пленок на подложке из нержавеющей стали X18H10T. На рентгенограмме отмечено появление пиков связанных со структурой осажденной углеродной пленки в виде соединений с железом ( $\text{Fe}_5\text{C}_2$ ). Углерод покрывают поверхность всего образца. Этот факт свидетельствует о содержании углеродных образований в углеродной пленке на подложке из нержавеющей стали.

Таблица 2 Рентгенометрические данные исследуемых образцов

№	Объект исследований	Угол $2\theta$ , град.	Межплоскостное расстояние $d$ , $\text{\AA}$	Интенсивность $I$ , %	Ширина на полувысоте $\epsilon$ , $2\theta$	Индексы Миллера	Предполагаемые фазы	Рентгенометрическая картотека ASTM
1	Стекло (а)	25	Аморфное стекло					
2		43	Аморфная фаза					
3		63						
1	Стекло (б)	41,340	2,1822	45,8	-	1 0 0	C	19-268
2		43,960	2,0581	46,8	-	0 0 2	C	19-268
1	Нержавеющая сталь X18H10T	44,694	2,02593	100	0,36	1 1 0	Fe	
2		65,065	1,43237	32,42	0,36	2 0 0	Fe	01-071-4410
3		82,368	1,16981	35,59	0,36	2 1 1	Fe	01-071-4410
1	Углеродная пленка из нержавеющей стали X18H10T	43,502	2,07865	100	0,36	0 2 1 1 0 1	$\text{Fe}_5\text{C}_2$ C	01-089-6158, 01-075-2078
2		44,761	2,02305	13,48	0,36	1 0 1 5 1 0	C $\text{Fe}_5\text{C}_2$	01-089-6158, 01-089-8487
3		50,588	1,80285	40,64	0,36	1 0 2	C $\text{Fe}_5\text{C}_2$	01-089-6158, 01-089-8487
4		74,385	1,27428	59,56	0,36	-4 2 3	$\text{Fe}_5\text{C}_2$	01-089-6158
5		110,93	0,93506	16,39	0,36	2 0 5	C	01-075-2078

Использование метода ЭПР при изучении углеродных пленок позволило идентифицировать оптимальные условия образования графеновых структур, получаемых по магнетронной технологии в атмосфере возгоняемых паров ароматических углеводородов.

В наших экспериментах при изучении интенсивности сигнала ЭПР неспаренных электронов от времени напыления наблюдается изменение интенсивности при некоторых условиях.

Здесь приведены некоторые результаты изучения углеродных пленок методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). Измерения проводились при комнатной температуре в атмосфере воздуха на спектрометре ЭПР, работающем в 3-х см. диапазоне длин волн. Максимальная чувствительность спектрометра составляла  $5 \cdot 10^9$  спин/образец при 100 кГц модуляции магнитного поля.

В качестве реперного образца использовались ионы  $\text{Mn}^{2+}$  в  $\text{MgO}$ . Сигнал от образца записывался между 3-й и 4-й компонентой шестилинейчатого спектра от  $\text{Mn}^{2+}$ . Образец размером 3x5 мм помещался в ампулу из специального стекла, не дающего сигнала ЭПР. При выполнении резонансных условий путем изменения магнитного поля в определенных пределах появлялся сигнал ЭПР, который детектировался и подавался для распечатки спектра ЭПР на принтер.

Изучение спектра ЭПР образца, проводилось в зависимости от угла между плоскостью подложки относительно направления магнитного поля путем вращения образца. Спектры



последовательно снимались при фиксированных углах вращения:  $0^{\circ}$ ,  $30^{\circ}$ ,  $60^{\circ}$  и  $90^{\circ}$ . Было установлено, что ширина линии, амплитуда сигнала ЭПР и g-фактор линии меняется при этом незначительно. Это свидетельствует о том, что полученная углеродная пленка в основном имеет аморфную природу.

Обычно углеродные пленки имеют довольно сложный структурный состав. В основном в него входят графены и графеноподобные образования, нанотрубки различных параметров, графиты разнообразной организации и их окислы.

При изучении спектра ЭПР образца было установлено, что он (рисунок 4) в основном состоит из одной довольно интенсивной линии с g-фактором равным  $g=2,00414 \div 2,00416$ . Такое значение g-фактора спектра ЭПР характерно для графена.

При анализе линии ЭПР было установлено, что на прямой, соединяющей экстремумы спектра имеется небольшой изгиб, обусловленный вкладом в суммарную линию линии с другим g-фактором. В зависимости от угла вращения g-фактор этой линии изменяется от 2,00214 до 2,00244. Такие величины g-фактора характерны для некоторых форм графита, а их зависимость от угла вращения свидетельствует о некоторой степени кристалличности графита, входящего в состав углеродной пленки. Количество графита в пленке не велико и составляет 7-10% от количества графена.

В углеродной пленке при небольшом времени напылении из анализа ЭПР спектра (рисунок 5) установлена, что помимо графена образуются еще углеродные нанотрубки ( $g=2,0037$ ). Причем они образуются примерно в равных количествах графеном. Графитовые состояния при этом составляют порядка 10% от их общего количества.

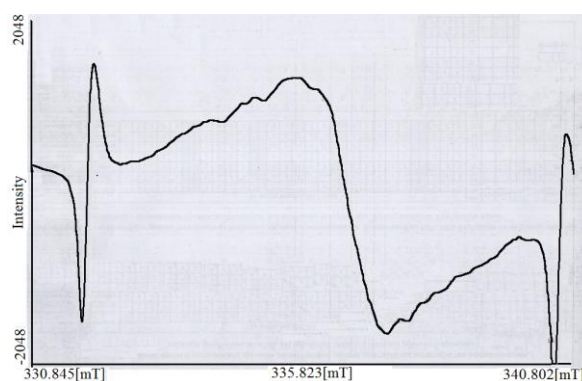


Рисунок 4 – Спектр ЭПР углеродных пленок, полученных в магнетронном разряде с нафталином на подложке из стекла. Время напыления 2 часа 40 минут

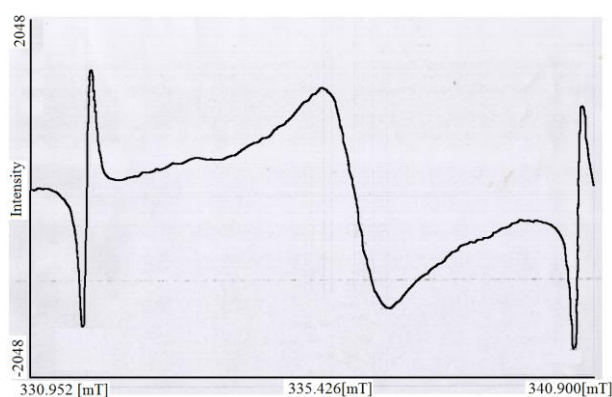


Рисунок 5 – Спектр ЭПР углеродных пленок, полученных в магнетронном разряде с нафталином на подложке из стекла. Время напыления 2 часа

Ширина линии ЭПР углеродной пленки на стекле в этом случае получается больше ( $\Delta H=16,4\text{э}$ ), чем в первом случае приготовления углеродной пленки. Возможно, это уширение объясняется диполь-дипольным взаимодействием между графенами и нанотрубками. Амплитуда

сигнала от углеродной пленки, нанесенной на алюминий, в 3 раза меньше чем на стекле, а ширина линии составляет 8 и 3э. На спектре наблюдаются изгибы, позволяющие выделить вклады в суммарную линию от графенов, нанотрубок и графитов в соотношении 2:3:1,4. Спектр ЭПР от углеродной пленки на подложке из никеля обнаружить не удалось на фоне сильного сигнала ферромагнитного резонанса (ФМР) от никеля.

**Заключение.** Впервые получены графеновые структуры методом реактивного магнетронного распыления в парах ароматического твердого углеводорода нафталина. Методом рамановской спектроскопии наблюдаются пики графена с колебательной модой (2D-зона) при частоте  $\sim 2728 \text{ см}^{-1}$  на подложке из нержавеющей стали. Методом рентгенофазовой спектроскопии показано о содержании углеродных образований в углеродной пленке на подложке нержавеющей стали. Результаты исследований с помощью атомно-силовой микроскопии подтверждают образование графеновых структур и углеродных нанотрубок. При изучении спектра ЭПР углеродной пленки на подложке из стекла было установлено, что пленка состоит из одной довольно интенсивной линии с g-фактором равным  $g=2,00414 \div 2,00416$ , характерным для графена и имеется ЭПР линии от нанотрубок. Методом рентгенофазового анализа отмечено появление пиков связанных со структурой осажденной углеродной пленки в виде соединений с железом ( $\text{Fe}_5\text{C}_2$ ).

#### ЛИТЕРАТУРА

- [1] Раков Э.Г. Химия и применение углеродных нанотрубок // Успехи химии. -2001.-Т.70. -№10. -С. 934-973.
- [2] Kroto H. W. Symmetry, space, starts and  $\text{C}_{60}$  (Nobel lecture) // Rev. Mod. Phys. -1997. -V. 69. -P.703-730.
- [3] Iijima S. Helical microtubules of graphitic carbon // Nature. - 1991. - V.319. -P. 354-356.
- [4] Ткачев С.В., Буслаева Е.Ю., Губин С.П. Графен – новый углеродный наноматериал //Неорганические материалы, 2011, том 47, № 1, с. 5–14
- [5] Елецкий А.В., Искандирова И.М., Книжник А.А. Графен:методы получения и теплофизические свойства // УФН, -2011, -№3, Т.181, - С.233-268
- [6] Пат.2355625 Российская Федерация, МПК<sup>51</sup> В8 2В 3/00, С23С. Получение углеродных нанотрубок методом магнетронного распыления на постоянном токе Антоненко С.В. и Мальцев С.Н.;- №2007127228/02; опубл. 16.07.2007. 5
- [7] Каштанов П.В., Смирнов Б.М., Хипплер Р. Магнетронная плазма и нанотехнология //Успехи физических наук. -2007, -Т.177,-№5. -С.473-510. №2.
- [8] Сорокин П.Б., Чернозатонский Л.А. Полупроводниковые наноструктуры на основе графена //УФН, - 2013.
- [9] Байтимбетова Б.А., Верменичев Б.М. Способ получения углеродных наноструктур путем магнетронного реактивного распыления графита в возгоняемых парах ароматических углеводородов //Патент 2013/0803.1
- [10] Байтимбетова Б.А., Верменичев Б.М., Абдикасова А.Особенности формирования углеродных наноструктур в атмосфере ароматических углеводородов методом магнетронного распыления графита. Вестник КазНТУ. -2013. -№5(99) –С.94-102.
- [11] Liu Yu., Pan C., Wang J. Raman spectra of carbon nanotubes and nanofibers prepared by ethanol flames //J. of Materials Science. -2004. -№39. –P.1091-1094.
- [12] Eklud P.C., Holden J.M., Jishi R.A. Vibrational modes of carbon nanotubes; spectroscopy and theory // Carbon. -1995. №33. –P.959-972.
- [13] Nemanich R.J., Solin S.A. First- and second-order Raman scattering from finite-size crystals of graphite // Phys. Rev. -1979. -B20. V2. -P. 392-401.
- [14] Ferrari A.C. Raman spectroscopy of graphene and graphite: Disorder, electron–phonon coupling, doping and nonadiabatic effects // Solid State Communications. -2007. -V.143.-P.47–57.
- [15] Ni Zh., Wang Y., Yu T., Shen Z. Raman Spectroscopy and Imaging of Graphene //Nano Res. -2008. -№1. - P.273-291.
- [16] Mohiuddin T.M.G., Lombardo A., Nair, R.R., Bonett, A., Savini G., Jalil, R., Bonini, N., Basko D.M., Galotis C. Uniaxial strain in graphene by Raman spectroscopy: G peak splitting, Grueneisen parameters, and sample orientation // Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics), -2009, -Vol. 79, № 20, -P 205433.
- [17] Ferrari A. C., J. C. Meyer, V. Scardaci, C. Casiraghi, M. Lazzeri and et. Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers // Physical review letters. -2006. –V.97, 187401-4.

## REFERENCES

- [1] Rakov E.G. Khimia i primeneniye uglerodnykh nanotrubok // Uspekhi khimi -2001.-T.70. -№10. -S 934-973.
- [2] Kroto H. W. Symmetry, space, starts and C<sub>60</sub> (Nobel lecture) // Rev. Mod. Phys. –1997. –V. 69. –P.703-730.
- [3] Iijima S. Helical microtubules of graphitic carbon // Nature. – 1991. – V.319. –P. 354-356.
- [4] Tkachev C.V., Buslaeva E.Yu., Gubin S.P. Graphene- – novyi uglerodi nanomaterial //Neorganicheskie materialy, 2011, -Tom 47, № 1, -S. 5–14
- [5] Eletsii A.V. Iskandirova I.M., Knijnik A.A. Graphene:metody polucheniya i teplofyzicheskie svoystva //UFN, -2011, -№3, T.181, - S.233-268
- [6] Antonenko C.V., Maltzev C.N. Poluchenie uglerodnih nanotrubok methodom magnetronnogo raspileniya na postoyannom toke //Pribiri i tehnika eksperimenta. -2005.
- [7] Kashtanov P.V., Smirnov B.M., Xippler R. Magnetronnaya plasma i nanotecnologiya //Uspehi physicheskikh nauk. -2007, -T.177,-№5. -S.473-510
- [8] Sorokyn P.B., Chernosatonskii L.A. Poluprovodnykovye nanostructurey na osnove graphena //UFN, -2013.- .- №2. C.150-152.
- [9] Baitimbetova B.A., Vermenichev B.M. Sposob polucheniya uglerodnih nanostruktur putem magnetronnogo reaktivnogo raspileniya graphite v voztgonyaiemiyh parah uglevodorodov //Patent. 2013/0803.1
- [10] Байтимбетова Б.А., Верменичев Б.М., Абдикасова А.Особенности формирования углеродных наноструктур в атмосфере ароматических углеводородов методом магнетронного распыления графита. Вестник КазНТУ. –2013. -№5(99) –С.94-102.
- [11] Liu Yu., Pan C., Wang J. Raman spectra of carbon nanotubes and nanofibers prepared by ethanol flames //J. of Materials Science. -2004. -№39. –P.1091-1094.
- [12] Eklud P.C., Holden J.M., Jishi R.A. Vibrational modes of carbon nanotubes; spectroscopy and theory // Carbon. -1995. №33. –P.959-972.
- [13] Nemanich R.J., Solin S.A. First- and second-order Raman scattering from finite-size crystals of graphite // Phys. Rev. -1979. -B20. V2. -P. 392-401.
- [14] Ferrari A.C. Raman spectroscopy of graphene and graphite: Disorder, electron–phonon coupling, doping and nonadiabatic effects // Solid State Communications. -2007. -V.143.-P.47–57.
- [15] Ni Zh., Wang Y., Yu T., Shen Z. Raman Spectroscopy and Imaging of Graphene //Nano Res. -2008. -№1. - P.273-291.
- [16] Mohiuddin T.M.G., Lombardo A., Nair, R.R., Bonett, A., Savini G., Jalil, R., Bonini, N., Basko D.M., Galotis C. Uniaxial strain in graphene by Raman spectroscopy: G peak splitting, Grueneisen parameters, and sample orientation // Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics), -2009, -Vol. 79, № 20, -P 205433.
- [17] Ferrari A. C., J. C. Meyer, V. Scardaci, C. Casiraghi, M. Lazzeri and et. Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers // Physical review letters. -2006. –V.97, 187401-4.

**НАФТАЛИН БУЫНДА МАГНЕТРОНДЫ ТОЗАНДАНДЫРУ ӘДІСІМЕН ГРАФЕНІ МЕН НАНОТҮТІШЕСІ БАР КӨМІРТЕКІ ПЛЕНКАЛАРДЫ АЛУ**

**Байтімбетова Б.А.<sup>1</sup>, Рябкин Ю.А.<sup>2</sup>, Мансуров З.А.<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Қ.И.Сәтбаев атындағы ұлттық техникалық университет, Алматы, Қазақстан

<sup>2</sup>Физика-техникалық институт, Алматы, Қазақстан

<sup>3</sup>Жану проблемалары институты, Алматы, Қазақстан

**Тірек сөздер:** - графен, ароматикалық көмірсутектер, көміртекті нанотүтікше, графен және енің қалыңдығы.

**Аннотация.** Жұмыста ароматикалық көмірсутектер буымен айналдыру кезіндегі магнетронды реактивті графитті тоздандану жолымен көміртекті нанокұрылымдарды алу тәсілімен көміртекті пленкалы (қабыршақты) құрылым, яғни көміртекті нанотүтікше мен графен қрылымдарын алу әдісі қарастырылған. Алынған пленкалы құрылым раман, электронды парамагнитті резонанс, рентгенфазды спектроскоптарымен және атомдық–күштік микромкопымен зерттелінді. Графенді алу әдісі мен оның құрылымдық ерекшеліктерінің зерттеу қорытындысы жарықтың комбинациялық шашырау әдісі, атомдық күштік микроскоп және электронды парамагнитті резонанс спектроскопымен зерттелген. Раман спектроскопы әдісімен графеннің тербелмелі модасы (2D-зона) ~2728 см<sup>-1</sup> жиілігінде байқалды. Атомдық күштік микроскоп көмегімен графен мен көміртекті нанотүтікшенің түзлігені дәлелденді. ЭПР спектрін зерттеу барысында үлгіде графен мен көміртекті нанотүтікшенің бар екені анықталды. Осы әдістермен алынған зерттеу нәтижелері мен оларды талқылау берілді.

Поступила 27.10.2015 г.