

УДК 538.975

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2024-14-2-71-87>



## Магнетронные углеродные структуры, полученные высокочастотным магнетронным распылением в среде аргона и азота

А. П. Кузьменко<sup>1</sup> ✉, А. И. Колпаков<sup>1</sup>, А. С. Сизов<sup>1</sup>,  
В. М. Емельянов<sup>1</sup>, Ю. А. Неручев<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Юго-Западный государственный университет  
ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

<sup>2</sup> Курский государственный университет  
ул. Радищева, д. 33, г. Курск 305000, Российская Федерация

✉ e-mail: [apk3527@mail.ru](mailto:apk3527@mail.ru)

### Резюме

**Цель исследования.** Создание и характеристика углеродных наноструктур методом высокочастотного магнетронного распыления из углеродной мишени в аргоне на подложке из кремния и в реактивной азотной среде, получаемых на буферном слое катализатора из Ni.

**Методы.** Высокочастотное магнетронное распыление на подложку из кремния при изменениях управляющих параметров: мощности времени распыления и давления рабочего газа Ar и N. Исследования выполнялись методами рентгенофазового анализа, атомно-силовой и голографической микроскопии, комбинационного (рамановского) рассеяния света.

**Результаты.** Методом комбинационного рассеяния света по линиям  $I_D$  1363 и  $I_G$  1564  $cm^{-1}$ , а также  $\omega_{RDM}$  308 и 227  $cm^{-1}$  подтверждено формирование углеродных нанотрубок, включая одностенные. По атомно-силовым микроскопическим изображениям рассчитана фрактальная размерность нанопленок, которая указывает на их 3D. По данным рентгенофазового анализа магнетронных нанопленок определены размеры области когерентности, текстурированности, микродеформации и межплоскостные деформационные искажения.

**Заключение.** В углеродных магнетронных нанопленках возникают деформации обоих знаков: как сжимающие ( $\Delta a < 0$ ), так и растягивающие ( $\Delta a > 0$ ). Углеродные магнетронные нанопленки представлены в том числе одностенными углеродными нанотрубками, хиральность которых в среде аргона (6, 6), а в реактивной смеси из азота и аргона на буферном слое из Ni (7, 7). Обнаружено, что в высокочастотном магнетронном режиме как в инертной, так и в реактивной средах происходит формирование карбида кремния.

**Ключевые слова:** высокочастотное магнетронное распыление; магнетронные нанопленки; одностенные углеродные нанотрубки.

**Финансирование:** Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (г/з 2020 № 0851–2020–0035), в рамках реализации программы стратегического академического лидерства «Приоритет–2030» (Соглашение № 075–15–2021–1213).

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

**Для цитирования:** Магнетронные углеродные структуры, полученные высокочастотным магнетронным распылением в среде аргона и азота / А. П. Кузьменко, А. И. Колпаков, А. С. Сизов, В. М. Емельянов, Ю. А. Неручев // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2024. Т. 14, № 2. С. 71–87. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2024-14-2-71-87>

Поступила в редакцию 11.04.2024

Подписана в печать 14.05.2024

Опубликована 17.06.2024

## Magnetron carbon structures obtained by high-frequency magnetron sputtering in Argon and Nitrogen

Aleksander P. Kuzmenko<sup>1</sup> ✉, Artem I. Kolpakov<sup>1</sup>, Aleksander S. Sizov<sup>1</sup>, Viktor M. Emelyanov<sup>1</sup>, Yury A. Neruchev<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Southwest State University  
50 Let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

<sup>2</sup> Kursk State University  
33 Radishcheva Str., Kursk 305000, Russian Federation

✉ e-mail: [apk3527@mail.ru](mailto:apk3527@mail.ru)

### Abstract

**Purpose of research.** Creation and characterization of carbon nanostructures by high-frequency magnetron sputtering from a carbon target in argon on a silicon substrate and in a reactive nitrogen environment, obtained on a Ni catalyst buffer layer.

**Methods.** High-frequency magnetron sputtering on a silicon substrate with changes in control parameters: sputtering time power and working gas pressure Ar and N. Research was carried out using X-ray phase analysis, atomic force microscopy and holographic microscopy, Raman scattering.

**Results.** The formation of carbon nanotubes, including single-walled ones, was confirmed by the method of Raman scattering of light along the lines  $I_D$  1363 and  $I_G$  1564  $cm^{-1}$ , as well as  $\omega_{RDM}$  308 and 227  $cm^{-1}$ . Using atomic force microscopic images, the fractal dimension of the nanofilms was calculated, which indicated their 3D nature. Based on X-ray phase analysis of magnetron nanofilms, the dimensions of the coherence region, texture, microdeformations and interplanar deformation distortions were determined.

**Conclusion.** In carbon magnetron nanofilms, deformations of both signs occur: both compressive ( $\Delta a < 0$ ) and tensile ( $\Delta a > 0$ ). Carbon magnetron nanofilms are represented, among other things, by single-walled carbon nanotubes, the chirality of which in an argon environment is (6, 6), and in a reactive mixture of nitrogen and argon on a Ni buffer layer (7, 7). It was discovered that in high-frequency magnetron mode, silicon carbide is formed in both inert and reactive environments.

**Keywords:** high frequency magnetron sputtering; high-frequency magnetron reactive sputtering, magnetron nanofilms; single wall carbon nanotubes.

**Funding:** The study was carried out with the financial support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (G/Z 2020 No. 0851-2020-0035), as part of the implementation of the strategic academic leadership program "Priority-2030" (Agreement No. 075-15-2021-1213).

**Conflict of interest:** The authors declare no apparent or potential conflicts of interest related to the publication of this article.

**For citation:** Kuzmenko A.P., Kolpakov A.I., Sizov A.S., Emelyanov V.M., Neruchev Y.A. Magnetron carbon structures obtained by high-frequency magnetron sputtering in Argon and Nitrogen. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2024;14(2):71–87. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2024-14-2-71-87>

Received 11.04.2024

Accepted 14.05.2024

Published 17.06.2024

\*\*\*

## Введение

Неослабевающий интерес к термоэлектрическим материалам вполне оправдан перспективностью и широтой их применения [1], что особенно стало заметно в течение последнего десятилетия, когда возник потребительский бум в портативной электронике, умной одежде, имплантируемых медицинских устройствах и других применениях [2]. Наметилась тенденция замещения аккумуляторов носимыми термоэлектрическими генераторами, использующими разницу температур между кожей тела человека и окружающей средой с уровнем от нескольких микровольт до милливольт [2].

На феноменологическом уровне добротность термоэлектричества описывается формулой  $ZT = S^2 \sigma T / k$  и зависит от 3 физических характеристик:  $S$  – коэффициента Зеебека, мВ/К;  $\sigma$  – электропроводности, См/м;  $k$  – теплопроводности, Вт/(м·К), каждый из которых потенциально способен ее повышать. В этой ситуации чрезвычайно развитый полиморфизм углеродных материалов (число их структур уже превысило 250), разнообразие физических свойств, обусловленное электронной гибридизацией  $sp$ ,  $sp^2$  и  $sp^3$ , создает перспективы для их применения в целях повышения  $ZT$  [3], в частности таким путем изготовлен композитный материал на основе многостенных углеродных нанотрубок (УНТ) с полианилином [4], работающий при комнатной температуре с коэффициентом мощности  $0,5 \text{ мВт}/(\text{м}\cdot\text{К}^2)$ . Следует отметить, что углеродные нанотрубки обладают высокой теплопроводностью  $k$  и низким  $S$  [5]. Их влияние на термоэлектрические свойства  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  показало [6], что УНТ существенно улучшают соединения теллурида висмута с электронной проводимостью, в то время как для материалов с дырочной проводимостью значительного увеличения  $ZT$  не наблюдается. В этих же целях изучаются металлические и полупроводниковые термоэлектрики как с  $p$ -, так и с  $n$ -типами

проводимости, в том числе путем их введения в композитные материалы [7] и сплавы, к примеру, Гейслера [8].

Отдельный интерес представляют исследования  $ZT$  изменений  $S$ ,  $\sigma$ ,  $k$  для наноструктурированных тонкопленочных материалов, получаемых эллионными методами: ионно-лучевого осаждения [9], магнетронного распыления [10]. При росте толщины магнетронных пленочных структур из металлических термоэлектриков типа Ni и NiCr специальной конфигурации и размеров величина  $S$  достигала  $5 \text{ мВ}/^\circ\text{C}$ , наряду с необходимыми для увеличения  $ZT$  изменениями  $\sigma$ ,  $k$ . Магнетронное распыление позволяет получать углеродные нанотрубки с меньшим количеством промежуточных этапов [11; 12].

Цель данного исследования – охарактеризовать углеродные нанопленочные структуры, получаемые высокочастотным магнетронным распылением (ВЧ МР) и реактивным магнетронным распылением (ВЧ РМР) углеродных мишеней, которые в дальнейшем рассматриваются как прекурсоры, улучшающие термоэлектрические свойства магнетронных слоев из термоэлектрических материалов.

## Материалы и методы

Высокочастотное магнетронное распыление мишеней из углерода осуществлялось на малогабаритной вакуумной установке МВУ ТМ-МАГНА Т (НИИТМ, г. Зеленоград), дооснащенной радиочастотным магнетроном (13,56 МГц). Для нанесения магнетронных нанопленок (МНП) непосредственно из углерода или с использованием пленочного прекурсора из никеля мишени были изготовлены в ООО «ГИРМЕТ», г. Москва (С 99,99%, Ni 99,99%). Мишени имели форму диска: диаметр 100 мм, толщина 6 мм, что при размере кремниевой подложки  $10 \times 15 \text{ мм}^2$  должно способствовать повышению однородности по толщине наносимой МНП. Подложками для формирования нанопленок служили поверхности из кремния

(100), очищенные от органических соединений при нагревании в течение 10 минут смесью 1:6 дихромата калия и серной кислоты и механических загрязнений плазмой.

Перед нанесением МНП проводилось вакуумирование рабочей камеры до  $5 \times 10^{-4}$ , ИК-нагрев подложки галогеновыми лампами и ионная чистка их поверхности в течение 60 с. Далее в зависимости от типа наносимых МНП:

- создавалось давление атмосферы рабочего газа Ar 1,0 Па, МНП осаждалась  $t_{\text{ВЧ МР}} = 900$  с, мощность  $P_{\text{ВЧ МР}}$  варьировалась в интервале от 100 до 450 Вт через 50 Вт при напылении углеродных нанопленок в Ar;

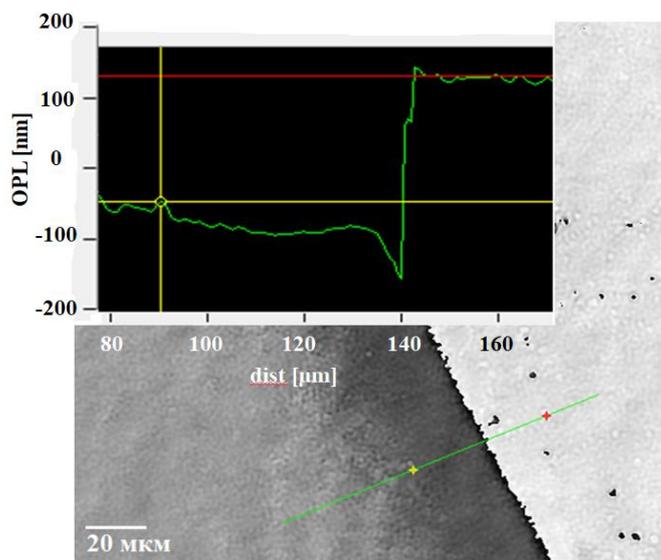
- для получения слоя прекурсора из Ni создавалась атмосфера смеси рабочих газов (Ar:N) с давлением 1,0:0,8 Па – режим реактивного магнетронного распыления (ВЧ РМР); расход  $N_2$  поддерживался на уровне 0,5 л/ч; распыление мишени осуществлялось магнетроном на постоянном токе с мощностью  $P_{\text{ВЧ РМР}} = 100$  Вт, время  $t_{\text{ВЧ РМР}}$  для ВЧ РМР Ni изменялось от 10 до 20 с, а при ВЧ РМР углерода  $t_{\text{ВЧ РМР}}$  – от 1800 до 3600 с.

По аналогии с [13] полученные МНП характеризовались методами АСМ (AistNT SmartSPM с пространственным разрешением по Z-координате 30 пм), РФА (GBC EMMA (60 кВ, 80 мА, Cu  $K_{\alpha}$ ,  $2\theta$  от 30 до 150°), КРС (Omega Scope™ рамановский микроспектрометр, 532 нм,  $0,8 \text{ см}^{-1}$ ), голографической микроскопии (Lyncee Tec R2203 с пространственным разрешением 30 пм).

## Результаты и их обсуждение

Управляющими параметрами МР являлись: мощность  $P_{\text{ВЧ МР}}$  и  $P_{\text{ВЧ РМР}}$ , время  $t_{\text{ВЧ МР}}$  и  $t_{\text{ВЧ РМР}}$ , при которых формируемые МНП характеризовались минимальными значениями средней  $R_a = (1/N)\sum|R_j|$  и среднеквадратической  $R_{\text{RMS}} = R_q = ((1/N^2)(\sum(R_a - |R_j|)^2))^{1/2}$  шероховатостей [13].

Измерения толщины наносимых МНП выполнялись методом ступеньки, измеряемой на голографическом микроскопе. К примеру, для МНП из углерода с предварительно созданным буферным слоем из Ni ее величина составила  $\approx 118$  нм, которая сформировалась при  $P_{\text{ВЧ РМР}} = 100$  Вт и  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 1800$  с (рис. 1).

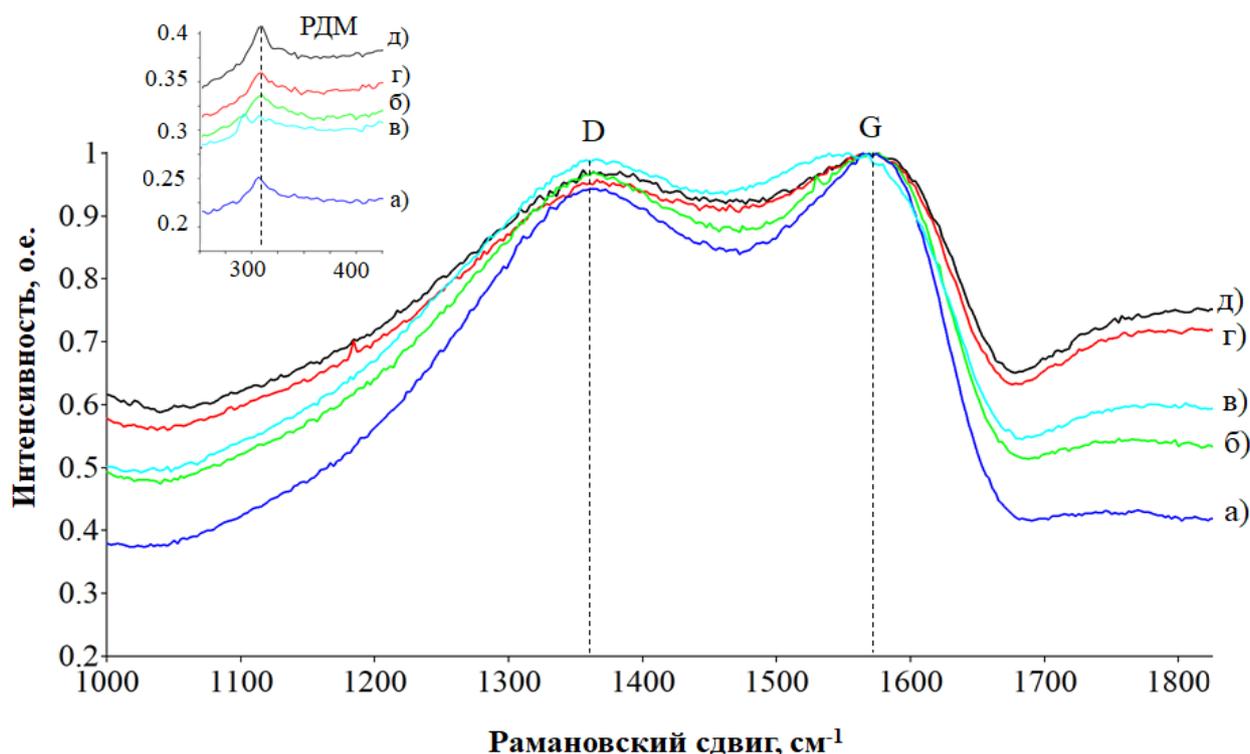


**Рис. 1.** Изображение ступеньки магнетронной нанопленки на цифровом голографическом микроскопе. На вставке показан ее профиль толщиной 118 нм

**Fig. 1.** Image of a magnetron nanofilm step on a digital holographic microscope. The inset shows its 118 nm thick profile

Химическая структура углеродной МНП измерялась рамановским микроспектрометром как при ВЧ МР в инертной Ar среде, так и в реактивной среде Ar:N. Спектр КРС химической структуры МНП, нанесенных методом ВЧ МР, содержал две характерные для углеродных нанотрубок линии:  $D - A_{1g} = 1363 \text{ см}^{-1}$  и  $G - E_{2g} = 1564 \text{ см}^{-1}$ . Интенсивности линий  $I_D, I_G$

при ВЧ МР в инертной среде практически совпали:  $I_D \approx I_G$ . По оценочному критерию дефектности для УНТ:  $K_{\text{УНТ}} = I_D/I_G$  [14] величина  $K_{\text{УНТ}} \sim 0,8$ , т. е. формируемые УНТ имели весьма незначительную дефектность на всех исследованных мощностях формирования  $P_{\text{ВЧ МР}}$ , Вт: 100, 150, 250, 300 и 450 (рис. 2).

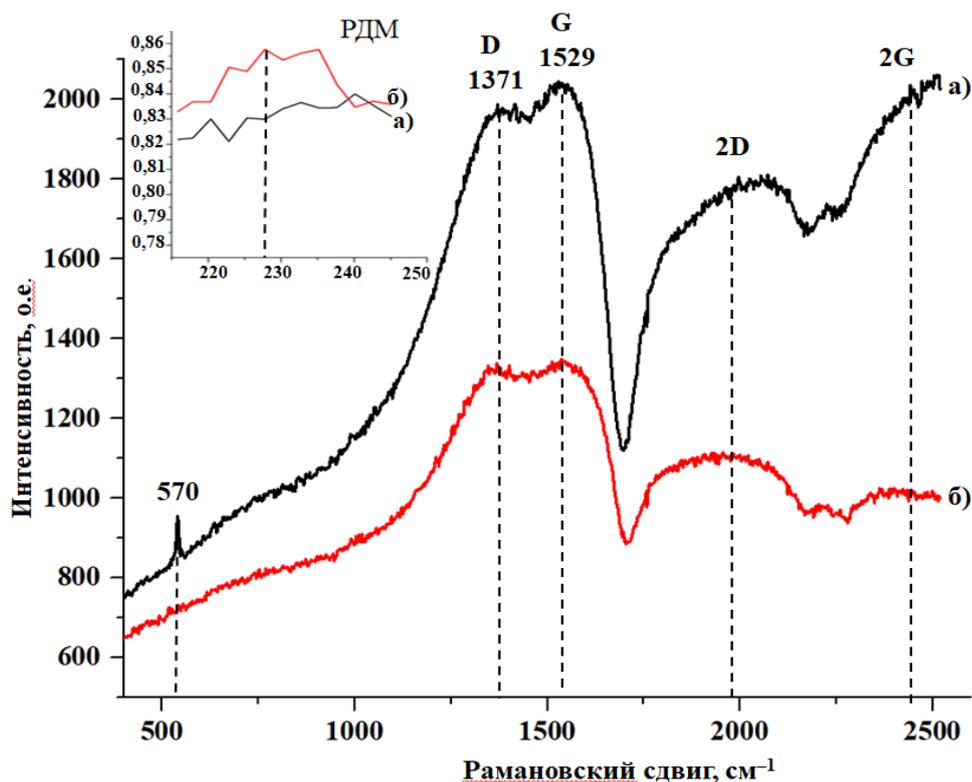


**Рис. 2.** Спектры КРС в области тангенциальных мод ( $D, G$ ) в МНП, нанесенных методом ВЧ МР при мощности  $P_{\text{ВЧ МР}}$ : а – 100 Вт; б – 300 Вт; в – 450 Вт; г – 250 Вт; д – 150 Вт. На вставке показана область РДМ на линии  $\omega_{\text{РДМ}} = 308 \text{ см}^{-1}$

**Fig. 2.** Raman spectra in the region of tangential modes ( $D, G$ ) in MNPs deposited by the RF MR method at RF MR power: а – 100 W; б – 300 W; в – 450 W; г – 250 W; д – 150 W. In the inset shows the RDM region on the line  $\omega_{\text{РДМ}} = 308 \text{ см}^{-1}$

Аналогично в спектрах КРС двухслойных МНП, полученных методом ВЧ РМР на буферном слое из никеля (при времени нанесения 20 с) и углерода, также наблюдались линии, характерные для УНТ:  $D - A_{1g}$  и  $G - E_{2g}$ . Однако для интенсивностей линий  $I_D, I_G$  выполнялось усло-

вие  $I_G > I_D$  (рис. 3). Это указывало на повышение уровня упорядоченности формируемых углеродных структур [14; 15]. Наблюдаемая в низкочастотной области линия  $570 \text{ см}^{-1}$  отвечала поперечным колебаниям однофононной LO-моды первого порядка NiO с энергией фононов  $E_{\text{ph}} = 70 \text{ мэВ}$  [16].



**Рис. 3.** Спектры КРС в области тангенциальных мод ( $D$ ,  $G$ ) в МНП (метод ВЧ РМР) с буферным слоем из никеля, нанесенного за 20 с при времени распыления углерода: а – 1800 с; б – 3600 с. На вставке КРС в области РДМ на линии  $\omega_{\text{РДМ}} = 227 \text{ см}^{-1}$

**Fig. 3.** Raman spectra in the region of tangential modes ( $D$ ,  $G$ ) in MNP (RF RMR method) with a buffer layer of nickel, deposited for 20 s at a carbon sputtering time: а – 1800 s; б – 3600 s. In the Raman inset in the RDM region on the line  $\omega_{\text{RDM}} = 227 \text{ см}^{-1}$

Важно отметить возбуждения колебаний в низкочастотной области, так называемых радиальных дыхательных мод (РДМ) с частотами  $\omega_{\text{РДМ}}$ , которые, как правило, однозначно обусловлены существованием одностенных углеродных нанотрубок (ОУНТ). В исследуемых МНП  $\omega_{\text{РДМ}}$  составили  $308$  и  $227 \text{ см}^{-1}$  (см. рис. 2 и 3, вставки). Между частотой  $\omega_{\text{РДМ}}$  и диаметром ОУНТ практически значима эмпирическая зависимость [14]  $\omega_{\text{РДМ}} = A/d + B$ , где  $A = 277 \text{ см}^{-1}$ ;  $d$  – диаметр ОУНТ;  $B$  – постоянная, определяемая их хиральностью. На ее основе с учетом обнаруженных частот колебаний  $\omega_{\text{РДМ}}$  РДМ (при условии  $B = 0$ ) были оценены диаметры ОУНТ, которые составили около  $0,74$  и  $1 \text{ нм}$  соответственно. Полученные оценки диаметров ОУНТ попадали в диапазон ха-

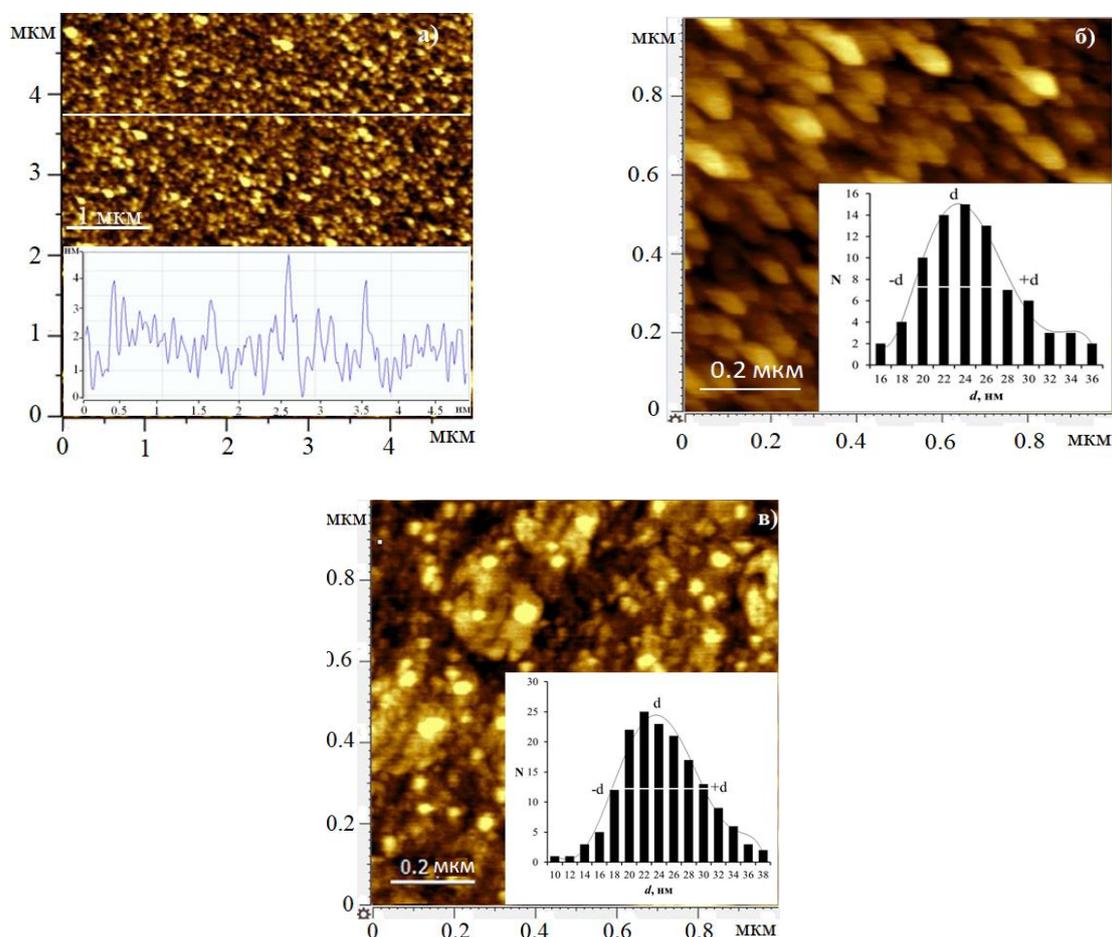
рактерных ОУНТ диаметров согласно таблицам Kataur [17]. По этим же данным с учетом используемой энергии возбуждения ( $2,48 \text{ эВ}$ ) и при спектральном разрешении, отвечающем дифракционной решетке  $600 \text{ штр./мм}$ , наблюдаемые в области РДМ линии  $308$  и  $227 \text{ см}^{-1}$  отвечали ОУНТ с хиральностями  $(6, 6)$  и  $(7, 7)$ . Это означало, что полученные структуры ОУНТ относились к кресельному типу и обладали металлической проводимостью [18].

По интенсивностям линий  $I_D$  и  $I_G$  в спектрах КРС (см. рис. 2 и 3) и с учетом соотношения [19]  $L_a = 4,4 I_G / I_D$  были рассчитаны области когерентности. Величины  $L_a$  для МНП, полученных ВЧ РМР методом, составили: для  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 1800 \text{ с}$  –  $4,89 \text{ нм}$ , а при  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 3600 \text{ с}$  –  $4,94 \text{ нм}$ , тогда как для ВЧ РМР в инертной среде с

Ar на всех  $P_{\text{ВЧ МР}}$ , где (согласно рис. 2  $I_D \approx I_G$ ) область когерентности не изменялась и составила 4,4 нм.

Морфология поверхностей углеродных нанопленок, полученных методами ВЧ МР и ВЧ РМР, была изучена с использованием АСМ (рис. 4, 5). Все поверхности МНП имели достаточно высокую гомогенность, что хорошо видно на примере типичного АСМ-изображения в области  $5 \times 5$  мкм<sup>2</sup> (метод ВЧ МР) с профилем (рис. 4, а). Наблюдаемые изменения по высоте лежали в пределах 4 нм. Результаты анализа по латеральным размерам поверх-

ностей МНП представлены в виде гранулометрического распределения  $N(d)$ . Для МНП, сформированных при мощностях 300 и 450 Вт в области  $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup>, размеры изменялись в интервалах  $d = d_{\text{ср}} \pm \Delta d$  ( $d_{300} = (26 \pm 4)$  нм и  $d_{450} = (24 \pm 5)$  нм) (рис. 4, б, в). Здесь  $\Delta d$  – ширина  $N(d)$  по уровню 0,5 от  $d_{\text{ср}}$  – FWHM определялась по зависимости  $N(d)$ . Латеральные размеры нанокластерных УНТ-структур, формируемых методом ВЧ МР в среде Ar, изменялись от 15 нм до 62 нм. Их средний размер составлял  $\sim 28$  нм. В целом распределение  $N(d)$  было близким к нормальному (рис. 4, б, в).

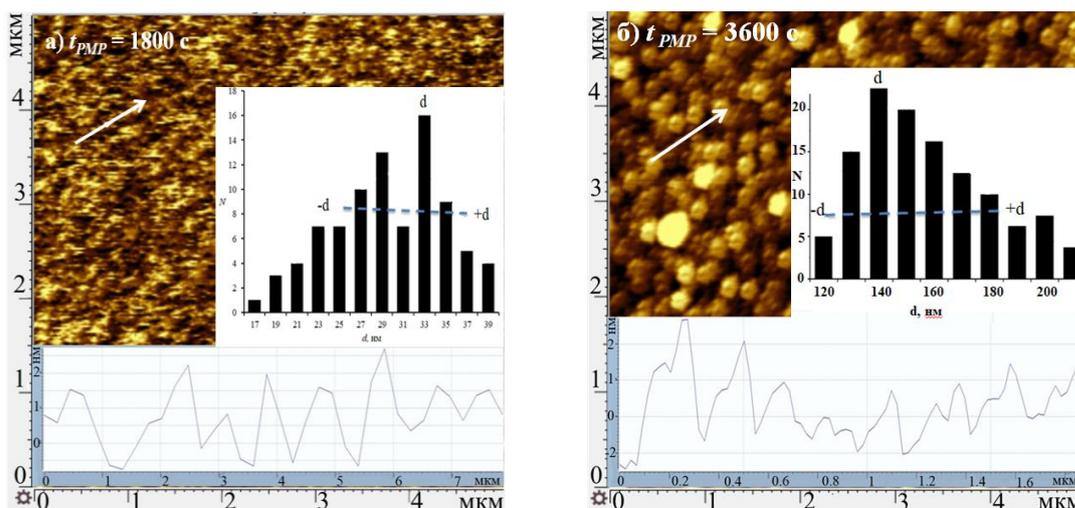


**Рис. 4.** АСМ-изображения МНП из углеродных структур, полученных методом ВЧ МР при мощности  $P_{\text{ВЧ РМР}} = 300$  Вт: а –  $5 \times 5$  мкм<sup>2</sup>; б –  $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup>;  $P_{\text{ВЧ МР}} = 450$  Вт ( $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup>). На вставках приведены (в площади  $5 \times 5$  мкм<sup>2</sup>) профиль и соответствующие гранулометрические распределения  $N(d)$  (в площади  $1 \times 1$  мкм<sup>2</sup>)

**Fig. 4.** AFM-images of MNPs from carbon structures obtained by RF MR method at  $P_{\text{RF RMR}}$  power = 300 W: а –  $5 \times 5$  μm<sup>2</sup>; б –  $1 \times 1$  μm<sup>2</sup>;  $P_{\text{RF MR}} = 450$  W ( $1 \times 1$  μm<sup>2</sup>). The insets show (in an area of  $5 \times 5$  μm<sup>2</sup>) the profile and the corresponding granulometric distributions  $N(d)$  (in an area of  $1 \times 1$  μm<sup>2</sup>)

По результатам анализа АСМ-изображений (в площади  $5 \times 5$  мкм<sup>2</sup>) МНП, полученных методом ВЧ РМР, отмечено снижение шероховатости: в соответствии с критерием качества [20] перепад профиля по высоте не превышал 2,5 нм (рис. 5, а, б). По образующимся на поверхностях МНП структурам построены  $N(d)$ , представленные здесь же. Характерно, что при  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 1800$  с имело место близкое к

нормальному распределению, тогда как при  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 3600$  с оно приобретало логнормальный вид. Латеральные размеры  $d$  частиц в составе МНП при  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 1800$  с оказались не более чем  $\sim 40$  нм, тогда как при  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 3600$  с они возрастали вплоть до  $\sim 200$  нм. Фактически же величины  $d = d_{\text{ср}} \pm \Delta d$  для  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 1800$  с лежали в диапазоне  $(33 \pm 7)$  нм, а для  $t_{\text{ВЧ РМР}} = 3600$  с – в диапазоне  $(140 \pm 30)$  нм.



**Рис. 5.** АСМ-изображения исследуемых МНП, полученных ВЧ РМР методом. На вставках приведены соответствующие granulометрические распределения  $N(d)$  и профилограммы вдоль отмеченных направлений

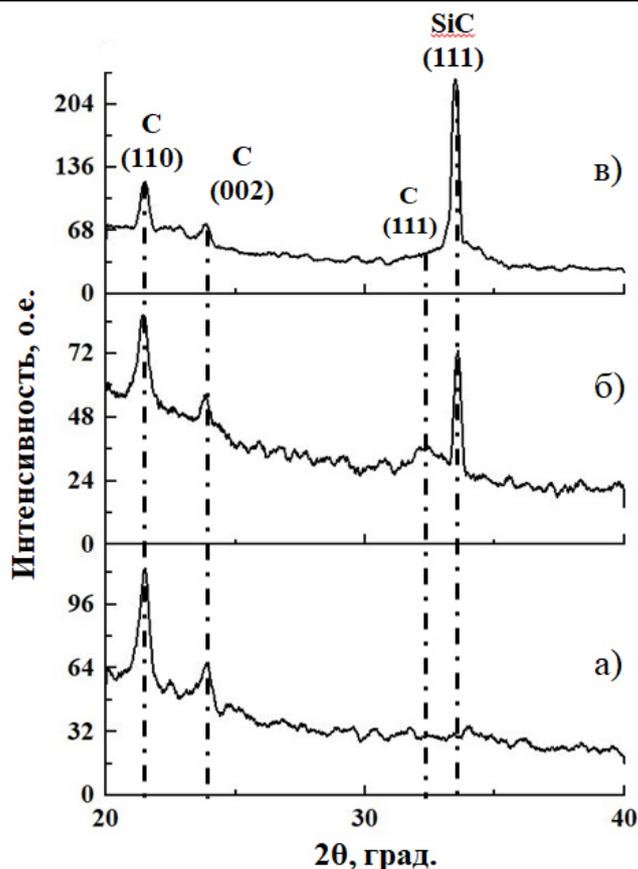
**Fig. 5.** AFM images of the studied MNPs obtained by the RF RMR method. The insets show the corresponding granulometric distributions  $N(d)$  and profilograms along the marked directions

По АСМ-изображениям поверхностей МНП из углеродных структур, полученных (ВЧ МР и ВЧ РМР) методом подсчета кубов (ПО Gwyddion), были определены их фрактальные размерности ( $D$ ). Числовые значения  $D$  во всех случаях  $R_{\text{ВЧ МР}}$  и  $t_{\text{ВЧ РМР}}$  превышали 2, что свидетельствовало о трехмерности формируемых МНП.

На рисунках 6 и 7 приведены наиболее характерные рентгеновские дифрактограммы для всех полученных МНП и проведена их комплексная идентификация. Так на рисунке 6 наблюдаемые рефлексы  $C(110)$   $2\theta = 21,5^\circ$  и  $C(002)$   $2\theta = 23,84^\circ$  для

МНП, полученных методом ВЧ МР в среде Ag при мощностях 150, 300 и 450 Вт, были идентифицированы как аморфный углерод и УНТ соответственно, что согласуется с данными [21].

В процессе ВЧ МР при мощностях начиная с 300 и 450 Вт температура как подложки, так и формируемой нанопленки могла существенно повышаться. Это не исключало создания условий для синтеза методом ВЧ МР пленок из карбида кремния SiC, на что указывало появление на дифрактограммах (рис. 6) линии для наночастиц SiC(111)  $2\theta = 33,96^\circ$ , согласуясь с выводами [22].



**Рис. 6.** Дифрактограммы магнетронных пленок из углерода на кремниевой подложке при мощностях распыления  $P_{\text{ВЧ МР}}$ : а – 150 Вт; б – 300 Вт; в – 450 Вт (метод ВЧ МР)

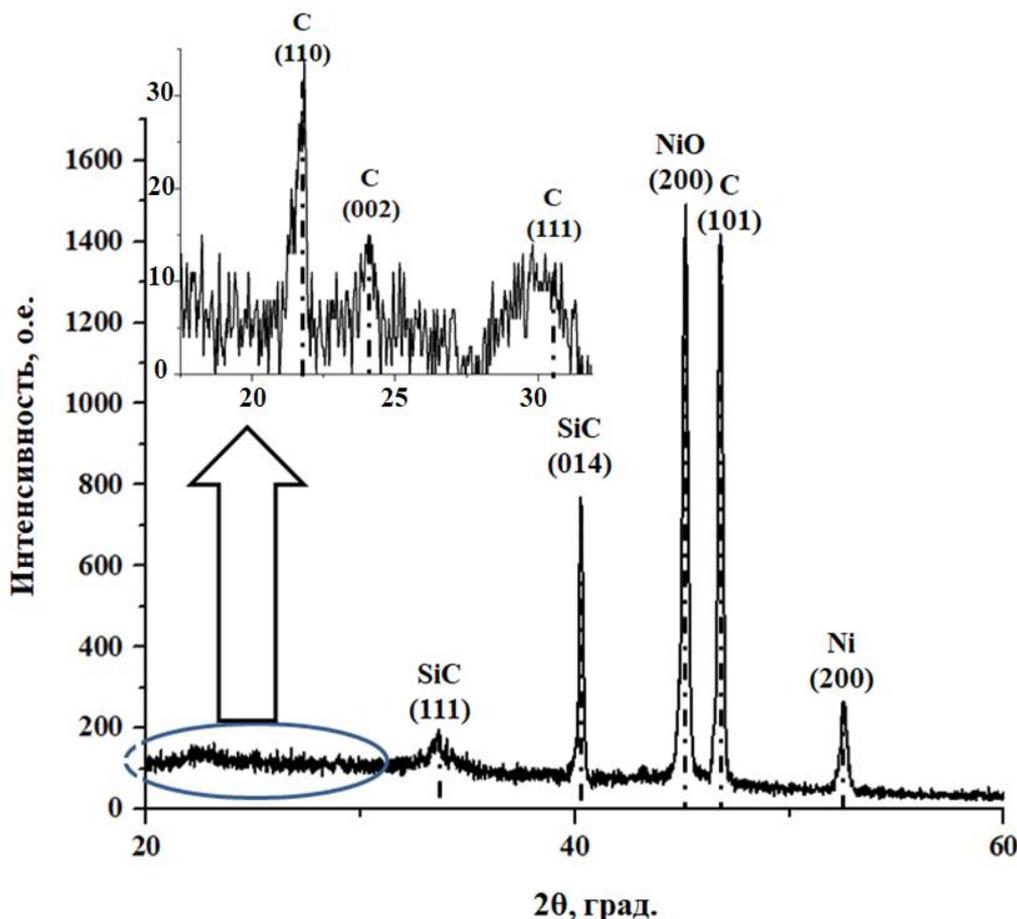
**Fig. 6.** Diffraction patterns of magnetron films of carbon / on a silicon substrate at sputtering powers  $P_{\text{RF MR}}$ : а – 150 W; б – 300 W; в – 450 W (RF MR method)

Подобный результат ранее также наблюдался в [23], но достигался только при отжиге углеродных пленок на кремнии при температуре в интервале от 1100 до 1200°C. В таких условиях инициировалась реакция карбидизации  $\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$ . Формирование карбида кремния в пленочных углеродных структурах на поверхностях подложек из кремния ранее наблюдалось при их электронно-лучевой обработке [24]. В этой связи возникновение SiC в реакции карбидизации в процессе магнетронного распыления представляет самостоятельный интерес, что простимулировано целым комплексом уникальных свойств этого соединения.

На рисунке 7 представлены рентгенограммы МНП, нанесенных методом ВЧ

РМР в два этапа. На первом из них на поверхности монокристаллической кремниевой подложки методом ВЧ МР формировался буферный слой в виде магнетронной нанопленки из никеля, который выполнял роль прекурсора. Образование этого слоя подтверждено зафиксированными рефлексамии на линиях: Ni (200)  $2\theta = 52,63^\circ$  и NiO (200)  $2\theta = 45,16^\circ$ , т. е. прекурсор включал как чисто металлическую МНП из Ni, так и его оксид – NiO, что согласуется с [16].

На втором этапе методом ВЧ РМР были определены и использованы режимы, на которых на буферный слой наносилась, а затем исследовалась МНП из углеродных структур.



**Рис. 7.** Дифрактограмма двухслойной магнетронной пленки на кремнии (метод ВЧ РМР) из никеля ( $t_{\text{ВЧ РМР}} = 20$  с) и углерода ( $t_{\text{ВЧ РМР}} = 3600$  с). На вставке показан фрагмент области с углеродными структурами

**Fig. 7.** Diffraction pattern of a two-layer magnetron film on silicon (RF RMR method) made of nickel ( $t_{\text{RF RMR}} = 20$  s) and carbon ( $t_{\text{RF RMR}} = 3600$  s). The inset shows a fragment of the region with carbon structures

Рефлексы наблюдаемых углеродных структур имели на порядок меньший уровень интенсивности, поэтому были дополнительно изучены в узком диапазоне ожидаемых углов дифракции  $2\theta$  от  $15^\circ$  до  $32^\circ$  (с учетом данных рисунка 6). Полученная рентгенограмма показана в виде вставки на рисунке 7. Таким образом, подтверждены рефлексы для углеродных структур (см. рис. 6) на линиях C(110)  $2\theta = 21,5^\circ$  и C(002)  $2\theta = 23,8^\circ$ . Также были обнаружены дополнительные рефлексы C(111)  $2\theta = 30,24^\circ$  и C(101)  $2\theta = 46,76^\circ$ . Отмечалось и возникновение SiC, что идентифицировано по линиям: (111)  $2\theta = 33,96^\circ$  и (014)  $2\theta = 40,26^\circ$ .

Из сравнения дифрактограмм МНП (см. рис. 6, 7), нанесенных методами ВЧ МР и ВЧ РМР, видно, что углеродные структуры при формировании методом ВЧ РМР на буферном слое из никеля по кристаллической структуре существенно отличаются. Об этом свидетельствует появление линии C(111) с формой, характерной для сильно аморфизированной структуры, которая практически отсутствовала в МНП из углеродных структур, сформированных методом ВЧ МР.

По данным, представленным на рисунках 6 и 7, по формуле Дебая – Шеррера

$$L_{hkl} = 0,9\lambda / (\beta_{1/2} \cos \theta_{hkl}) \quad (1)$$

рассчитаны области когерентности  $L_{hkl}$ , приведенные в таблице 1. Здесь  $hkl$  – индексы Миллера, величина  $\beta = 0,95$  определена по уровню 0,5 (FWHM), характерная для Cu  $K\alpha$ , длина волны X-гау составляла  $\lambda = 0,1541$  нм. Согласно представленным в таблице 1 данным можно отметить, что с увеличением  $P_{\text{ВЧ МР}}$  для углеродных структур в МНП, обладающих металлической проводимостью (ОУНТ с хиральностью (6,6) и (7,7)), наблюдался рост области когерентности на линии C(110)  $dL_{hkl}(P_{\text{ВЧ МР}})/dP_{\text{ВЧ МР}} > 0$ . Такие размеры и особенности изменения  $L_{hkl}$  согласуются с теоретическими выводами и опытными данными, когда при росте температуры обработки углеродных материалов этот размер превышал несколько нанометров [25]. Как видно из таблицы 1, изменение  $L_{hkl}$  на линии C(002) носило знакопеременный характер.

**Таблица 1.** Размеры областей когерентности, отвечающие линиям дифрактограммы (см. рис. 6)

**Table 1.** Dimensions of coherence regions corresponding to the lines of the diffraction pattern (see Fig. 6)

$P_{\text{ВЧ МР}}$ , Вт	Размеры областей когерентности, нм	
	C(110)	C(002)
150	8	10
300	13	20
450	14	16

Для всех исследуемых МНП по наблюдаемым на рисунках 6 и 7 интенсивностям по аналогии с [13] рассчитывался коэффициент текстуры вдоль обнаруженных углеродных структур в соответствии с общим уравнением

$$T = I(hkl)/\Sigma I_i(hkl). \quad (2)$$

При суммировании  $\Sigma I_i(hkl)$  учитывались все возникающие рефлекс для каждой МНП. Рассчитанные по (2) коэффициенты текстуры представлены в таблице 2. Наибольшая текстурированность наблюдалась у МНП, полученных методом ВЧ МР с  $P_{\text{ВЧ МР}} = 150$  Вт. В углеродных структурах МНП, нанесенных методом ВЧ РМР на буферный слой из никеля, текстурированность оказалась ниже.

По наблюдаемым отклонениям рефлексов для характерных углеродных структур от эталонных значений из базы данных ICDD  $a_0(hkl)$  оценены величины и знаки возникающих в МНП деформаций. Расчет межплоскостных расстояний  $a(hkl)$  по данным РФА для МНП сформированных при ВЧ МР и ВЧ РМР проводился по формуле Вульфа – Брегга:  $2a(hkl) \sin \theta = \lambda$ . Возникающие относительные изменения  $a(hkl)$  определялись в процентах:

$$\Delta a = \frac{a(hkl) - a^0(hkl)}{a^0(hkl)} \cdot 100\%. \quad (3)$$

По данным XRD также были рассчитаны микродеформации исследуемых пленок:

$$\varepsilon = \beta/(4 \text{ tg } \theta). \quad (4)$$

Результаты расчетов  $\Delta a$  и  $\varepsilon$  представлены в таблице 2. Видно, что относительные отклонения  $\Delta a$  при формировании МНП по методу ВЧ МР изменяли знак. Отметим, что при  $\Delta a < 0$  в МНП с углеродными структурами, полученными при  $P_{\text{ВЧ МР}} = 150$  Вт, возникала сжимающая деформация, тогда как с увеличением  $P_{\text{ВЧ МР}}$   $\Delta a > 0$ , т. е. деформация становилась растягивающей. Не исключено, что именно этим обусловлено возникновение текстуры в данной МНП.

**Таблица 2.** Расчетные коэффициенты текстуры ( $T$ ), микродеформаций ( $\varepsilon$ ) и изменений межплоскостных расстояний ( $\Delta a$ ) для углеродных структур МНП (метод ВЧ МР)**Table 2.** Calculated coefficients of texture ( $T$ ), microstrains ( $\varepsilon$ ) and changes in interplanar distances ( $\Delta a$ ) for MNP carbon structures (RF MR method)

$P_{\text{ВЧ МР}}$ , Вт	$T$ , о.е.	$\varepsilon$ ( $10^{-3}$ ), о.е.	$\Delta a$ , %		
			C(110)	C(002)	C(111)
150	0,98	0,29	12,15	-11,5	3,35
300	0,4	0,06	12,55	-11,84	-1,81
450	0,66	0,05	12,05	-11,71	-2,47

Аналогично по формулам (2), (3) и (4), с учетом измеренных дифрактограмм были выполнены расчеты для  $T$ ,  $\varepsilon$  и  $\Delta a$  в МНП со структурами, сформированными методом ВЧ МР (табл. 3). Указанные расчетные величины  $\Delta a$  свидетельствовали о возникновении деформаций в процессе

ВЧ МР. Для SiC и C возникали разные знаки деформаций вдоль разных кристаллографических направлений. Это означало, что в формируемой структуре возникали термоупругие напряжения и для их устранения и перевода МНП в равновесное состояние необходимо ее отжиг [26].

**Таблица 3.** Расчетные коэффициенты текстуры ( $T$ ), микродеформаций ( $\varepsilon$ ) и изменений межплоскостных расстояний ( $\Delta a$ ) для углеродных структур МНП (метод ВЧ РМР)**Table 3.** Calculated coefficients of texture ( $T$ ), microstrains ( $\varepsilon$ ) and changes in interplanar distances ( $\Delta a$ ) for MNP carbon structures (RF RMR method)

$T$	$\varepsilon(10^{-3})$	$\Delta a$ , %							
		SiC(111)	SiC(014)	NiO(200)	Ni(200)	C(101)	C(110)	C(002)	C(111)
0,36	0,06	-0,47	1,94	-3,17	-0,03	0,02	10,6	-12,45	3,6

В целом анализ представленных данных по МНП, нанесенных как методом ВЧ МР, так и ВЧ РМР, указывал на общность для них сценария роста: при низких мощностях до 150 Вт (ВЧ МР) и малом времени до 1800 с (ВЧ РМР) распыления имел место их островковый рост. Затем при мощности свыше 300 Вт (для ВЧ МР) и времени распыления более 3600 с началось формирование турбостатной структуры, а при дальнейшем увеличении  $P_{\text{ВЧ МР}}$  и  $t_{\text{ВЧ РМР}}$  отмечен существенный перегрев подложки и частичное разрушение столбчатых структур.

## Выводы

Методами ВЧ МР в аргоновой среде и ВЧ РМР в реактивной среде (смеси  $N_2$  и

Ar) на предварительно созданный буферный слой из Ni получены и охарактеризованы нанопленки из углерода. Исследована морфология полученных пленок и определена их шероховатость.

На основании введенного ранее критерия определены режимы и параметры для получения МНП с минимальной шероховатостью. Методом подсчета кубов определена фрактальная размерность МНП и доказана их трехмерность.

Результаты КРС подтвердили как формирование углеродных нанотрубок, так и образование по ФРМ ОУНТ, оценены их диаметры  $\sim 0,74$  и 1 нм с хиральностью (6, 6) и (7, 7), что соответствовало металлическому типу проводимости в них.

По данным дифрактограмм МНП определены области когерентности, текстурированность, микродеформации и межплоскостные изменения кристаллических решеток  $\Delta a$ . Во всех случаях  $\Delta a$  имела разные знаки, что свидетельство-

вало о возникновении в процессе нанесения МНП как сжимающих, так и растягивающих деформаций.

В обоих методах нанесения МНП обнаружен синтез карбида кремния.

### Список литературы

1. Кульбачинский В. А. Наноструктурирование и создание нанокомпозитов – перспективное направление увеличения эффективности термоэлектриков // Российские нанотехнологии. 2019. Т. 14, № 7-8. С. 30–42. <https://doi.org/10.21517/1992-7223-2019-7-8-30-42>
2. Shi X. L., Zou J., Chen Z. G. Advanced thermoelectric design: from materials and structures to devices // Chemical reviews. 2020. Vol. 120, no. 15. P. 7399–7515. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.0c00026>
3. Эйдельман Е. Д. Термоэлектрический эффект и термоэлектрический генератор на основе углеродных наноструктур: достижения и перспективы // Успехи физических наук. 2021. Т. 191, № 6. С. 561–585. <https://doi.org/10.3367/UFNe.2020.06.038795>
4. Влияние температуры на термоэлектрический эффект в композиционном материале на основе углеродных нанотрубок и полианилина / А. А. Третьяков, В. М. Капралова, В. В. Лобода, И. Ю. Сапурина, Н. Т. Сударь // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. Физико-математические науки. 2022. Т. 15, № 3. С. 143–153. <https://doi.org/10.18721/JPM.15311>
5. Hung N. T., Nugraha A. R. T., Saito R. Thermoelectric properties of carbon nanotubes // Energies. 2019. Vol. 12, no. 23. P. 4561. <https://doi.org/10.3390/en12234561>
6. Structure and thermoelectric properties of bismuth telluride – Carbon composites / B. Trawinski, B. Bochentyn, N. Gostkowska, M. Lapinski, T. Miruszewski, B. Kusz // Materials Research Bulletin. 2018. Vol. 99. P. 10–17. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2017.10.043>
7. Metal-ceramic composite  $\text{Bi}_2\text{Te}_3\text{-Gd}$ : thermoelectric properties / O. N. Ivanov, M. N. Yaprntsev, A. E. Vasil'ev, M. V. Zhezhu, V. V. Khovaylo // Glass and Ceramics. 2022. Vol. 79, no. 5-6. P. 180–184. <https://doi.org/10.1007/s10717-022-00480-7>
8. Влияние углеродных нанотрубок на термоэлектрические свойства сплавов Гейслера р- и n-типа / Е. М. Elshly, А. El-Khouly, Mohamed Asran Hassan, А. П. Новицкий, Д. Ю. Карпенков, Д. С. Пашкова // Физика и техника полупроводников. 2022. Т. 56, вып. 2. С. 164–168. <https://doi.org/10.21883/FTP.2022.02.51955.28>
9. Калинин Ю. Е., Макагонов В. А., Ситников А. В. Термоэлектрические свойства тонкопленочных композитов // Физика твердого тела. 2015. Т. 57, № 10. С. 1904–1912.
10. Наноструктурированные особенности и свойства магнетронной пленочной термопары  $\text{Ni+NiCr}$  / А. П. Кузьменко, П. В. Абакумов, А. И. Колпаков, А. Е. Кузько, В. Е. Лукашов, М. Т. Мьо, С. В. Тант, Д. Нау, А. И. Жакин, Ю. А. Неручев // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2018. Т. 8, № 2. С. 147–156.
11. Growth, characterization, and application of vertically aligned carbon nanotubes using the RF-magnetron sputtering method / M. Aleksanyan, A. Sayunts, G. Shahkhatuni, Z. Simonyan, H. Kasparyan, D. Kopecký // ACS omega. 2023. Vol. 8, no. 23. P. 20949–20958. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c01705>
12. Ali J. Addie, Raid A. Ismail, Mudhafar A. Mohammed. Amorphous carbon nitride dual-function anti-reflection coating for crystalline silicon solar cells // Scientific Reports. 2022. Vol. 12, no. 1. P. 9902. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-14078-0>

13. Магнетронные одно- и мультислойные нанопленки из Nb, C и Si / А. П. Кузьменко, Тант Син Вин, Мьо Мин Тан, Нау Динт // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2019. Т. 9, № 4. С. 30–52.
14. Defect characterization in graphene and carbon nanotubes using Raman spectroscopy / M. S. Dresselhaus, A. Jorio, A. G. Souza Filho, R. Saito // Philosophical transactions of the royal society A: Mathematical, physical and engineering sciences. 2010. Vol. 368, no. 1932. P. 5355–5377. <https://doi.org/10.1098/rsta.2010.0213>
15. Влияние электрических полей на процессы самоорганизации в ультрадисперсном растворе многостенных углеродных нанотрубок / А. П. Кузьменко, Тет Пью Наинг, А. Е. Кузько, Мьо Мин Тан // Журнал технической физики. 2020. Т. 90. №. 2. С. 268–277. <https://doi.org/10.21883/JTF.2020.02.48821.2009>
16. Guillen C., Herrero J. Influence of acceptor defects on the structural, optical and electrical properties of sputtered NiO thin films // Physica status solidi (a). 2021. Vol. 218, no. 16. P. 2100237. <https://doi.org/10.1002/pssa.202100237>
17. Radial breathing mode of single-walled carbon nanotubes: Optical transition energies and chiral-index assignment / J. Maultzsch, H. Telg, S. Reich, C. Thomsen // Physical Review B. 2005. Vol. 72, no. 20. P. 205438. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.72.205438>
18. Superior carbon nanotube stability by molecular filling: a single-chirality study at extreme pressures / C. Bousige, A. Stolz, S. D. Silva-Santos, Jingming Shi, M. Marques, E. Flahaut, M. Monthieux, A. San-Miguel // Carbon. 2021. Vol. 183, no. 884–892. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2021.07.068>
19. Analyzing the Raman spectra of graphenic carbon materials from kerogens to nanotubes: what type of information can be extracted from defect bands? / P. Puech, M. Kandara, G. Paredes, L. Moulin, E. Weiss-Hortala, A. Kundu, N. Ratel, Plewa, Pellenq, M. Monthieux // Journal of Carbon Research. 2019. Vol. 5, no. 4. P. 69. <https://doi.org/10.3390/c5040069>
20. Колпаков А. И., Кузьменко А. П. Характеризация углеродных нанопленок при высокочастотном магнетронном распылении // Физика и технология перспективных материалов – 2023: сборник трудов Международной конференции. Уфа: Уфимский ун-т науки и технологий, 2023. С. 172–174.
21. Trimetallic catalyst synthesized multi-walled carbon nanotubes and their application for hydrogen storage / Sami Ullah Rather // Korean Journal of Chemical Engineering. 2016. Vol. 33. P. 1551–1556. <https://doi.org/10.1007/s11814-015-0271-z>
22. Structural characterization of SiC nanoparticles / Baoxing Sun, Ruobing Xie, Cun Yu, Cheng Li, Hongjie Xu // Journal of Semiconductors. 2017. Vol. 38, no. 10. P. 103002. <https://doi.org/10.1088/1674-4926/38/10/103002>
23. Effect of heat treatment on mechanical property of amorphous carbon films by magnetron sputtering / Li Yang, Yuan Chen, Zhenzhen Xu, Natuski Toshiaki, Yusong Xi, Qingqing Ni // Diamond and Related Materials. 2022. Vol. 129. P. 109328. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2022.109328>
24. Кристаллизация и формирование карбида кремния в двухслойных аморфных пленках кремний-углерод при электронном облучении / А. И. Сидоров, Е. Я. Лекс, О. А. Подсвиров, А. Ю. Виноградов // Журнал технической физики. 2022. Т. 92, № 11. С. 1705–1710. <https://doi.org/10.21883/JTF.2022.11.53444.180-22>
25. Warren B. E. X-Ray diffraction in random layer lattices // Physical review. 1941. Vol. 59. P. 693–698. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.59.693>
26. Effect of annealing temperature and thickness of magnetron sputtered Ni/Ti film on its microstructure and nanoindentation behavior / Sudhansu Patro, Kuldeep Kumar Saxena, Ajit Behera // Metal Science and Heat Treatment. 2023. Vol. 65. no. 3-4. P. 167–172. <https://doi.org/10.1007/s11041-023-00909-y>

## References

1. Kulbachinsky V.A. Nanostructuring and creation of nanocomposites is a promising direction for increasing the efficiency of thermoelectrics. *Russian nanotechnologies*. 2019;14(7-8):30–42. <https://doi.org/10.21517/1992-7223-2019-7-8-30-42>
2. Shi X.L., Zou J., Chen Z.G. Advanced thermoelectric design: from materials and structures to devices. *Chemical reviews*. 2020;120(15):7399–7515. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.0c00026>
3. Eidelman E.D. Thermoelectric effect and thermoelectric generator based on carbon nanostructures: achievements and prospects. *Uspekhi fizicheskikh nauk = Physics-Uspekhi*. 2021;191(6):561–585. (In Russ.) <https://doi.org/10.3367/UFNe.2020.06.038795>
4. Tretyakov A.A., Kapralova V.M., Loboda V.V., Sapurina I.Yu., Sudar' N.T. The influence of temperature on the thermoelectric effect in a composite material based on carbon nanotubes and polyaniline. *Nauchno-tekhnicheskie vedomosti Sankt-Peterburgskogo gosudarstvennogo politekhnicheskogo universiteta. Fiziko-matematicheskie nauki = Scientific and Technical Bulletins of the St. Petersburg State Polytechnic University. Physical and Mathematical Sciences*. 2022;15(3):143–53. (In Russ.) <https://doi.org/10.18721/JPM.15311>
5. Hung N.T., Nugraha A.R.T., Saito R. Thermoelectric properties of carbon nanotubes. *Energies*. 2019;12(23):4561. <https://doi.org/10.3390/en12234561>
6. Trawinski B., Bochentyn B., Gostkowska N., Lapinski M., Miruszewski T., Kusz B. Structure and thermoelectric properties of bismuth telluride – Carbon composites. *Materials Research Bulletin*. 2018;99:10–17. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2017.10.043>
7. Ivanov O.N., Yapyntsev M.N., Vasil'ev A.E., Zhezhu M.V., Khovaylo V.V. Metal-ceramic composite Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>-Gd: thermoelectric properties. *Glass and Ceramics*. 2022;79(5-6):180–184. <https://doi.org/10.1007/s10717-022-00480-7>
8. Elsehly E. M., El-Khouly A., Mohamed Asran Hassan, Novickij A. P., Karpenkov D. Yu., Pashkova D. S., et al. Effect of carbon nanotubes on the thermoelectric properties of p- and n-type Heusler alloys. *Fizika i tekhnika poluprovodnikov = Physics and technology of semiconductors*. 2022;56(2):164–168. (In Russ.) <https://doi.org/10.21883/FTP.2022.02.51955.28>
9. Kalinin Y.E., Makagonov V.A., Sitnikov A.V. Thermoelectric properties of thin film composites. *Fizika tverdogo tela = Solid state physics*. 2015;57(10):1904–1912. (In Russ.)
10. Kuzmenko A. P., Abakumov P. V., Kolpakov A. I., Kuz'ko A. E., Lukashov V. E., M'о M.T., et al. Nanostructured features and properties of Ni + NiCr magnetron film thermocouple. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2018;8(2):147–156. (In Russ.)
11. Aleksanyan M., Sayunts A., Shahkhatuni G., Simonyan Z., Kasparyan H., Kopecký D. Growth, characterization, and application of vertically aligned carbon nanotubes using the RF-magnetron sputtering method. *ACS omega*. 2023;8(23):20949–20958. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c01705>
12. Addie A. J., Ismail R. A., Mohammed M. A. Amorphous carbon nitride dual-function anti-reflection coating for crystalline silicon solar cells. *Scientific Reports*. 2022;12(1):9902. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-14078-0>
13. Kuzmenko A.P., Thant Sin Win, Myo Min Tan, Naw Dint. Magnetron single- and multilayer nanofilms of Nb, C and Si. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2019;9(4):30–52. (In Russ.)

14. Dresselhaus M.S., Jorio A., Souza Filho A.G., Saito R. Defect characterization in graphene and carbon nanotubes using Raman spectroscopy. *Philosophical transactions of the royal society A: Mathematical, physical and engineering sciences*. 2010;368(1932):5355–5377. <https://doi.org/10.1098/rsta.2010.0213>
15. Kuzmenko A.P., Thet Pyo Naing, Kuzko A.E., Myo Min Tan. The influence of electric fields on self-organization processes in an ultrafine solution of multi-walled carbon nanotubes. *Zhurnal tekhnicheskoy fiziki = Journal of Technical Physics*. 2020;90(2):268–277. (In Russ.) <https://doi.org/10.21883/JTF.2020.02.48821.2009>
16. Guillen C., Herrero J. Influence of acceptor defects on the structural, optical and electrical properties of sputtered NiO thin films. *Physica status solidi (a)*. 2021;218(16):2100237. <https://doi.org/10.1002/pssa.202100237>
17. Maultzsch J., Telg H., Reich S., Thomsen C. Radial breathing mode of single-walled carbon nanotubes: Optical transition energies and chiral-index assignment. *Physical Review B*. 2005;72(20):205438. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.72.205438>
18. Bousige C., Stolz A., Silva-Santos S.D., Jingming Shi, Marques M., Flahaut E., Monthieux M., San-Miguel A. Superior carbon nanotube stability by molecular filling: a single-chirality study at extreme pressures. *Carbon*. 2021;183:884–892. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2021.07.068>
19. Puech P., Kandara M., Paredes G., Moulin L., Weiss-Hortala E., Anirban Kundu, N. Ratel, Plewa, Pellenq, M. Monthieux. Analyzing the Raman spectra of graphenic carbon materials from kerogens to nanotubes: what type of information can be extracted from defect bands? *Journal of Carbon Research*. 2019;5(4):69. <https://doi.org/10.3390/c5040069>
20. Kolpakov A.I., Kuzmenko A.P. Characterization of carbon nanofilms by high-frequency magnetron sputtering. In: *Fizika i tekhnologiya perspektivnykh materialov – 2023: sbornik trudov Mezhdunarodnoy konferencii = Physics and technology of advanced materials – 2023: collection of proceedings of the International Conference*. Ufa: Ufimskii un-t nauki i tekhnologii; 2023. P. 172–174. (In Russ.)
21. Sami Ullah Rather. Trimetallic catalyst synthesized multi-walled carbon nanotubes and their application for hydrogen storage. *Korean Journal of Chemical Engineering*. 2016;33:1551–1556. <https://doi.org/10.1007/s11814-015-0271-z>
22. Baoxing Sun, Ruobing Xie, Cun Yu, Cheng Li, Hongjie Xu. Structural characterization of SiC nanoparticles. *Journal of Semiconductors*. 2017;38(10):103002. <https://doi.org/10.1088/1674-4926/38/10/103002>
23. Li Yang, Yuan Chen, Zhenzhen Xu, Natuski Toshiaki, Yusong Xi, Qingqing Ni. Effect of heat treatment on mechanical property of amorphous carbon films by magnetron sputtering. *Diamond and Related Materials*. 2022;129:109328. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2022.109328>
24. Sidorov A.I., Leks E.Y., Podsvirov O.A., Vinogradov A.Y. Crystallization and silicon carbide formation in two-layer amorphous silicon–carbon films during electron irradiation. *Zhurnal tekhnicheskoy fiziki = Journal of Technical Physics*. 2022;92(11):1705–1710. (In Russ.) <https://doi.org/10.21883/JTF.2022.11.53444.180-22>
25. Warren B. E. X-Ray diffraction in random layer lattices. *Physical review*. 1941;59:693–698. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.59.693>
26. Sudhansu Patro, Kuldeep Kumar Saxena, Ajit Behera. Effect of annealing temperature and thickness of magnetron sputtered Ni/Ti film on its microstructure and nanoindentation behavior. *Metal Science and Heat Treatment*. 2023;65(3-4):167–172. <https://doi.org/10.1007/s11041-023-00909-y>

**Информация об авторах / Information about the Authors**

**Кузьменко Александр Павлович**, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник Регионального центра нанотехнологий, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: apk3527@mail.ru, ORCID: 0000-0001-7089-0692

**Aleksander P. Kuzmenko**, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Chief Researcher of the Regional Center of Nanotechnology, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: apk3527@mail.ru, ORCID: 0000-0001-7089-0692

**Колпаков Артём Игоревич**, аспирант, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: artem.kolpakov.96@mail.ru, ORCID: 0009-0004-8571-8544

**Artem I. Kolpakov**, Post-Graduate Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: artem.kolpakov.96@mail.ru, ORCID: 0009-0004-8571-8544

**Сизов Александр Семёнович**, доктор технических наук, профессор кафедры информационных систем и технологий, Юго-Западный государственный университет г. Курск, Российская Федерация, e-mail: sizov@mail.ru, ORCID: 0000-0001-8110-9929

**Alexander S. Sizov**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor of the Department of Information Systems and Technologies, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: sizov@mail.ru, ORCID: 0000-0001-8110-9929

**Емельянов Виктор Михайлович**, доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник кафедры дизайна и индустрии моды, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: vmemelianov@yandex.ru, ORCID: 0000-0001-6009-1627

**Viktor M. Yemelyanov**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Chief Researcher of the Department of Design and Fashion Industry, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: vmemelianov@yandex.ru, ORCID: 0000-0001-6009-1627

**Неручев Юрий Анатольевич**, доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики и нанотехнологий, научный руководитель научно-исследовательского центра физики конденсированного состояния, Курский государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: yuan2003@mail.ru, ORCID: 0000-0002-8087-874X

**Yury A. Neruchev**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor of the Department of Physics and Nanotechnology, Scientific Supervisor of the Research Center for Condensed Matter Physics, Kursk State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: yuan2003@mail.ru, ORCID: 0000-0002-8087-874X