

УДК 537.534

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА ВЫСОКОДОЗНЫМ ОБЛУЧЕНИЕМ ИОНАМИ УГЛЕРОДА

© 2022 г. А. М. Борисов^{a, b, *}, Е. А. Высотина^c, Е. С. Машкова^d,
М. А. Овчинников^d, М. А. Тимофеев^d

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

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

^cГлавный научный центр “Исследовательский центр им. М.В. Келдыша”,
Москва, 125438 Россия

^dМосковский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына, Москва, 119991 Россия

*e-mail: anatology_borisov@mail.ru

Поступила в редакцию 14.07.2021 г.

После доработки 25.09.2021 г.

Принята к публикации 30.09.2021 г.

Приводятся и обсуждаются результаты воздействия высокодозного облучения (флуенс $\sim 3 \times 10^{18}$ см⁻²) ионами С⁺ с энергией 30 кэВ при температуре 250°C на структуру и морфологию поверхности углеродных волокон ВМН-4 на основе полиакрилонитрила, армирующих композит КУП-ВМ. Растровая электронная микроскопия показала, что облучение углеродных волокон собственными ионами не приводит, как в случаях облучения ионами инертных газов и азота, к гофрированию поверхности волокна. Шероховатость поверхности композита остается сравнимой с необлученным образцом. По данным спектроскопии комбинационного рассеяния света облучение ионами углерода при температурах выше температуры динамического отжига радиационных нарушений приводит к образованию разупорядоченного графитоподобного слоя, как и в случаях облучения ионами инертных газов. Отсутствие гофрирования поверхности при облучении ионами углерода связывается с отсутствием в модифицированном слое градиента радиационных нарушений и характерной для оболочки углеродного волокна на основе полиакрилонитрила текстуры.

Ключевые слова: высокодозное облучение ионами, углеродное волокно из ПАН, ионы углерода, ионно-индуцированный рельеф, лазерная гониофотометрия, спектроскопия комбинационного рассеяния света.

DOI: 10.31857/S1028096022050089

ВВЕДЕНИЕ

Углеродные волокна из полиакрилонитрила (ПАН) широко используют в качестве армирующих наполнителей в углерод-углеродных композиционных материалах для ядерных реакторов, плазменного оборудования и аэрокосмической техники [1]. Для решения проблем совмещения волокна с матрицей в композитах углеродные волокна подвергают дополнительной обработке [2, 3]. Достичь необходимой связи матрицы с углеродным волокном можно с помощью ионно-лучевой обработки высокомолекулярных углеродных волокон из ПАН [4–8]. Особенностью углеродных волокон из ПАН является двухкомпонентная структура с турбостратным ядром и текстурированной оболочкой, в которой ось *c* графитовых кристаллитов направлена вдоль радиуса волокна [9]. Ра-

диационное воздействие на графитоподобные материалы приводит к значительным изменениям физико-механических свойств (например, [1, 10]). При облучении ионными пучками в зависимости от уровня первичных радиационных нарушений, измеряемого числом смещений на атом (сна) и пропорционального флуенсу облучения, и температуры облучения *T* изменяется как структура графитоподобных материалов, так и рельеф поверхности [11, 12]. При температурах *T* ниже температуры *T_a* динамического отжига радиационных нарушений происходит аморфизация поверхностного слоя. Распыление поверхности приводит к образованию характерных ямок травления. При температурах облучения *T* > *T_a* формируется рельеф поверхности нескольких типов. В частности, в случае углеродных волокон из

ПАН образуется квазипериодический продольный [13] и поперечный (в виде гофрирования [4–8]) оси волокна рельеф. Установлена связь изменения топографии поверхности волокон с анизотропными радиационно-индуцированными пластическими процессами в виде двойникового радиационных нарушений (зависимости числа смещений на атом $v(x)$ от глубины x). Ключевая роль релаксации ионно-индуцированных напряжений через пластические процессы в графитоподобных материалах, приводящих к различным топографическим элементам, в том числе трехмерным, отмечалась также в [14, 15]. В большинстве работ проводили облучение ионами различных газов (гелия, неона, аргона, азота и других). Вместе с тем облучение углеродных материалов собственными ионами, т.е. ионами C^+ , может приводить к иному модифицированию структуры поверхностного слоя [16]. В этой связи в настоящей работе исследованы и проанализированы структурные и морфологические изменения при высокодозном облучении углеродных волокон из ПАН ионами углерода, проведено сравнение с облучением ионами инертных газов и азота.

ЭКСПЕРИМЕНТ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследуемые мишени представляли собой прямоугольные пластинки однонаправленного композита КУП-ВМ, армированного углеродными волокнами ВМН-4 на основе волокна ПАН, с размерами $5 \times 40 \times 2$ мм. Армирующие углеродные волокна были параллельны длинной стороне пластинок. Проводили облучение ионами углерода, а также аргона и азота по нормали к поверхности образцов на масс-монохроматоре НИИЯФ МГУ [17]. Температуру мишени варьировали от 100 до 600°C, контроль температуры осуществляли с помощью хромель-алюмелевой термопары, спай которой укрепляли на обучаемой стороне мишени вне зоны облучения. Методика эксперимента была аналогична использованной в [4–8]. Плотность ионного тока составляла 0.2–0.4 мА/см² при поперечном сечении пучка 0.3 см², флуенсы облучения 3×10^{18} см⁻². Мониторинг ионного облучения проводили путем регистрации тока ионов и электронов для определения флуенса и коэффициента ионно-электронной эмиссии образцов. Морфологию образцов до и после облучения исследовали с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) и лазерной гониофотометрии (ЛГФ). На образец, установленный на гониометре стенда ЛГФ, направляли луч лазерного модуля S10 с длиной волны 532 нм (рис. 3 в [5]). Отраженный микрогранями шероховатой поверхности луч регистрировали полупроводниковым фотодиодом ФД 24К. Для анализа микро-

структуры модифицированного слоя использовали спектроскопию комбинационного рассеяния света (КРС) с длиной волны 514.5 нм на спектрометре Horiba Yvon T64000.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исследования топографии и структуры поверхности углеродных волокон на основе ПАН при высокодозном (10^{18} см⁻² и более) облучении ионами молекулярного азота и инертных газов с энергией десятки кэВ показали, что при развитии рельефа поверхности количество смещений на атом в профиле первичных радиационных нарушений $v(x)$ исчисляется десятками и сотнями [4–8, 13]. По определению профиль $v(x) = \Phi \sigma_{\text{dam}}(x)$, где $\Phi = \phi t$ (плотность потока облучения ϕ и время облучения t) – флуенс облучения, σ_{dam} – сечение радиационного повреждения, которое часто используют для сравнения радиационного воздействия на материалы источников различной природы (электронов, ионов, гамма-излучения) [18]. Для сравнения результатов облучения ионами углерода и аргона при нормальном падении с энергией 30 кэВ расчеты профилей $\sigma_{\text{dam}}(x)$ проводили с помощью программы SRIM [19]. Результаты приведены на рис. 1а в виде $\sigma_{\text{dam}} n_0(x)$, где n_0 – атомная плотность. При моделировании пороговая энергия смещения атомов решетки $E_d = 60$ эВ [18], остальные параметры соответствовали значениям для графита, заложенным в программу по умолчанию: поверхностная энергия связи $E_s = 7.41$ эВ, объемная энергия связи $E_{\text{latt}} = 3$ эВ, плотность $\rho = 2.253$ г/см³.

Программа SRIM хорошо оптимизирована для моделирования пробегов ионов, профилей потерь энергии и дефектообразования, однако отмечается, что в случае наклонного падения ионов, особенно при скользящей бомбардировке, программа SRIM существенно завышает коэффициент распыления [20]. При нормальном падении коэффициенты распыления при облучении ионами углерода и аргона с энергией 30 кэВ, рассчитанные в программе SRIM, составляют 0.2 и 0.8 соответственно.

При распылении поверхности и, соответственно, движении границы поверхности при облучении приведенное выше выражение $v(x) = \Phi \sigma_{\text{dam}}(x)$ для профиля первичных радиационных нарушений можно использовать только при малых флуенсах облучения [11, 21, 22]. При больших флуенсах $\Phi > R_d n_0 / Y$, где R_d – глубина образования дефектов, устанавливается стационарный профиль $v_{\text{cr}}(x)$ (рис. 1б, кривая 1):

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

Облучение ионами углерода в отличие от облучения ионами инертных газов и азота приводит к конденсации углерода в материале мишени и росту ее толщины при $Y < 1$. Увеличение толщины, в свою очередь, ограничивает рост числа смещений на атом в исходной мишени так, что при $\Phi > R_d n_0 / (1 - Y)$ (рис. 1б, кривая 2):

$$v_{\text{ст}}(x) = \frac{n_0}{1 - Y} \int_x^{R_d} \sigma_{\text{дам}}(x') dx'$$

Глубину образования дефектов R_d , определяющую верхний предел интегрирования, в расчетах принимали равной глубине, на которую в профилях $\sigma_{\text{дам}} n_0(x)$ приходится 99% смещений (рис. 1а).

При облучении ионами C^+ максимальная величина $v_{\text{ст}}(0)$ достигается при $\Phi = R_d n_0 / (1 - Y)$ и с последующим увеличением флуенса остается неизменной с ростом толщины $d_{\text{импл}} = \Phi(1 - Y) / n_0$, которая составляет в эксперименте порядка сотен нанометров (смещение границы поверхности на рис. 1б не показано). Максимальные уровни радиационных нарушений $v \approx 195$ сна для аргона и $v \approx 110$ сна для углерода превышают пороговые значения v гофрирования волокна [3, 13].

РЭМ-изображения волокон ВМН-4 после облучения ионами C^+ и для сравнения ионами Ar^+ с энергией 30 кэВ при температуре облучения $\sim 250^\circ\text{C}$ приведены на рис. 2. Видна кардинальная разница в морфологии поверхности – в отличие от облучения ионами аргона облучение ионами углерода не приводит к гофрированию поверхности, волокна остаются гладкими. Вместе с тем при облучении ионами углерода можно отметить наноразмерную пористость поверхности волокна, не свойственную необлученному углеродному ПАН-волокну.

Результаты измерений микрогеометрии поверхности углеродного волокна до и после облучения ионами аргона и углерода с помощью ЛГФ в виде распределений локальных углов наклона микрограней поверхности $f(\beta)$ приведены на рис. 3. Гофрированная структура проявляется в максимумах распределений $f(\beta)$ при $\beta_1 \approx \beta_2 \approx 40^\circ$. Наличие пика в распределениях при $\beta = 0$ соответствует отражению от ровной поверхности. Изменение ширины пика при $\beta = 0$ позволяет судить о меньшей или большей шероховатости поверхности. Такое увеличение шероховатости поверхности хорошо видно на распределениях $f(\beta)$ при облучении ионами аргона и температурах ниже T_a . Из данных ЛГФ можно также видеть, что после облучения ионами углерода поверхность волокна стала более гладкой, чем до облучения.

Спектры КРС графитоподобных материалов содержат характерные пики: G -пик (пик графита) при смещениях частоты $\Delta k \approx 1580 \text{ см}^{-1}$ и D -пик при $\Delta k \approx 1350 \text{ см}^{-1}$, обусловленный дефектностью

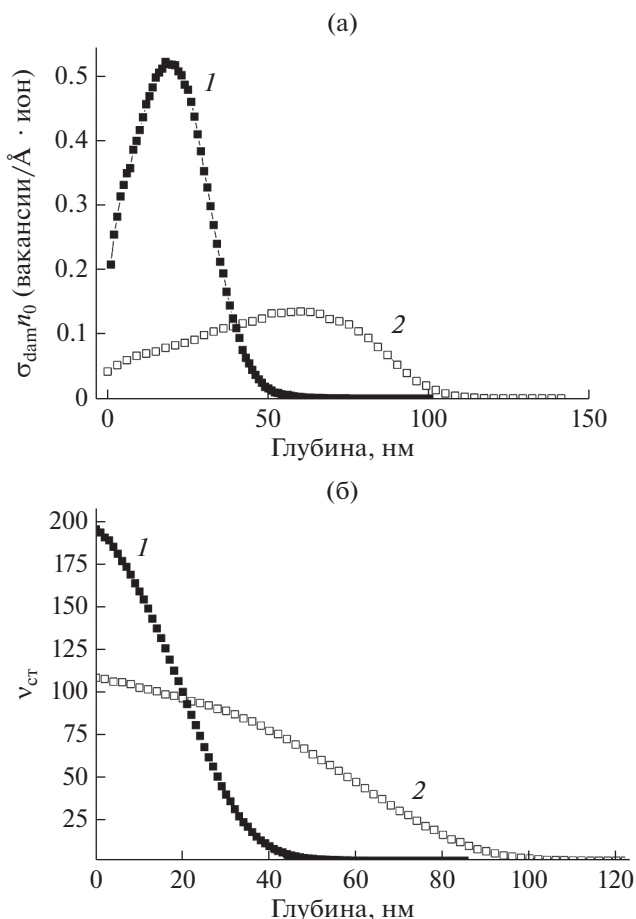


Рис. 1. Профили $\sigma_{\text{дам}} n_0(x)$ (а) и $v(x)$ (б) в графите в случае облучения ионами Ar^+ (1) и C^+ (2) с энергией 30 кэВ.

кристаллической структуры [23]. В разупорядоченных и нанокристаллических графитоподобных материалах спектры КРС могут содержать также пики при смещениях $\Delta k \approx 1200, 1500$ и 1620 см^{-1} . Эти пики связывают с нарушениями планарной структуры кристаллитов, рассеянием на границах при уменьшении кристаллитов до нанометрового размера, нарушением трансляционной симметрии, а также с ионными включениями в материалах и образованием цепочечных углеродных соединений [23–25]. Спектроскопия КРС показала хорошее качество структуры поверхности исходных углеродных волокон (рис. 4, спектр 1).

Ионное облучение может значительно, вплоть до аморфизации, разупорядочивать структуру углеродных материалов. Аморфизация поверхности оболочки углеродных волокон при температурах ниже температуры динамического отжига радиационных нарушений ($T < T_a$) приводит к качественному изменению спектров КРС. D - и G -пики перестают разделяться, образуя широкий ку-

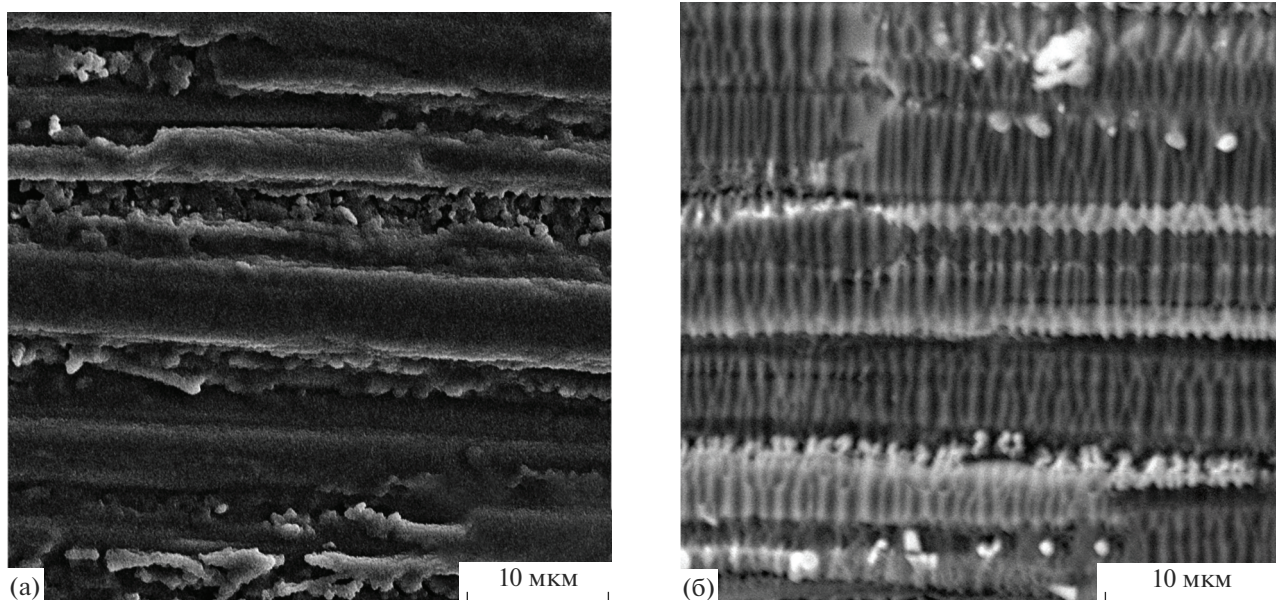


Рис. 2. РЭМ-изображения волокон композита КУП-ВМ после облучения ионами C^+ (а) и Ag^+ (б) с энергией 30 кэВ при температуре $T = 250^\circ C$.

пол [4]. Увеличение температуры облучения приводит к разделению G - и D -полос КРС-спектра, свидетельствуя о процессах динамического отжига радиационных нарушений. Приведенные на рис. 4 гауссовы разложения спектров КРС облученных образцов требуют введения кроме G - и D -пику также аморфного пика (A) при $\Delta k \approx 1500 \text{ см}^{-1}$, учитывающего радиационные нару-

шения структуры ближнего порядка [23, 25]. Несмотря на несколько большую интенсивность аморфного пика при $\Delta k \approx 1500 \text{ см}^{-1}$ после облучения ионами аргона по сравнению с ионами углерода, можно говорить о схожей радиационно нарушенной графитоподобной структуре облученных слоев. После облучения волокон как углеродом, так и аргоном наблюдается значительное повышение интенсивности пиков в спектрах КРС в области $\Delta k \sim 1200, 1500 \text{ см}^{-1}$. В целом, в противоположность РЭМ и ЛГФ, спектроскопия КРС не показывает качественных различий в структуре

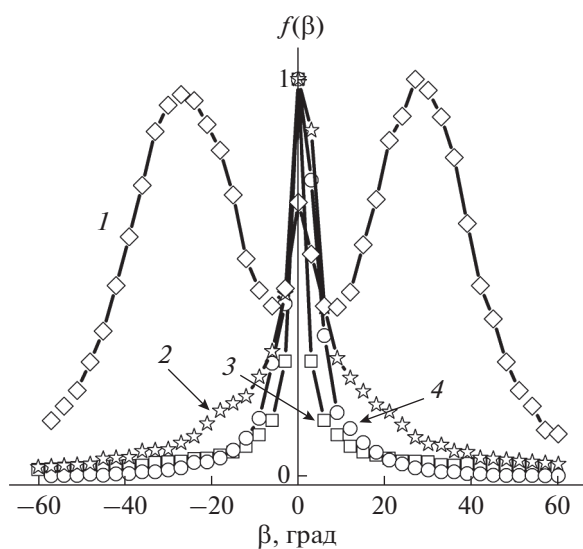


Рис. 3. Распределения локальных углов наклона микрограней $f(\beta)$ на поверхности композита КУП-ВМ после облучения ионами Ag^+ при температурах 250 (1) и $125^\circ C$ (2), ионами C^+ при температуре $250^\circ C$ (3) и исходной поверхности (4).

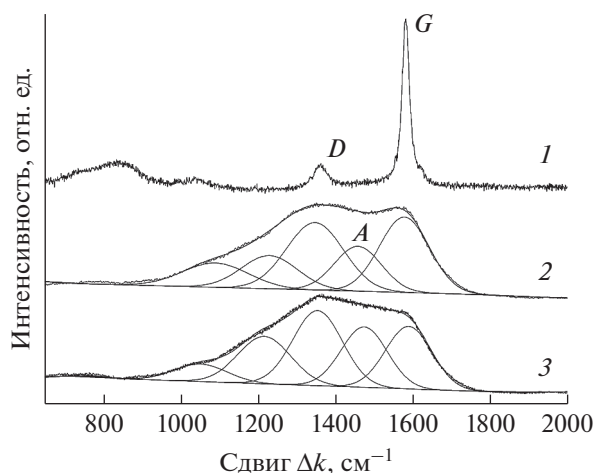


Рис. 4. Спектры КРС до (1) и после облучения ионами C^+ (2) и Ag^+ (3) с энергией 30 кэВ при температуре $T = 250^\circ C$.

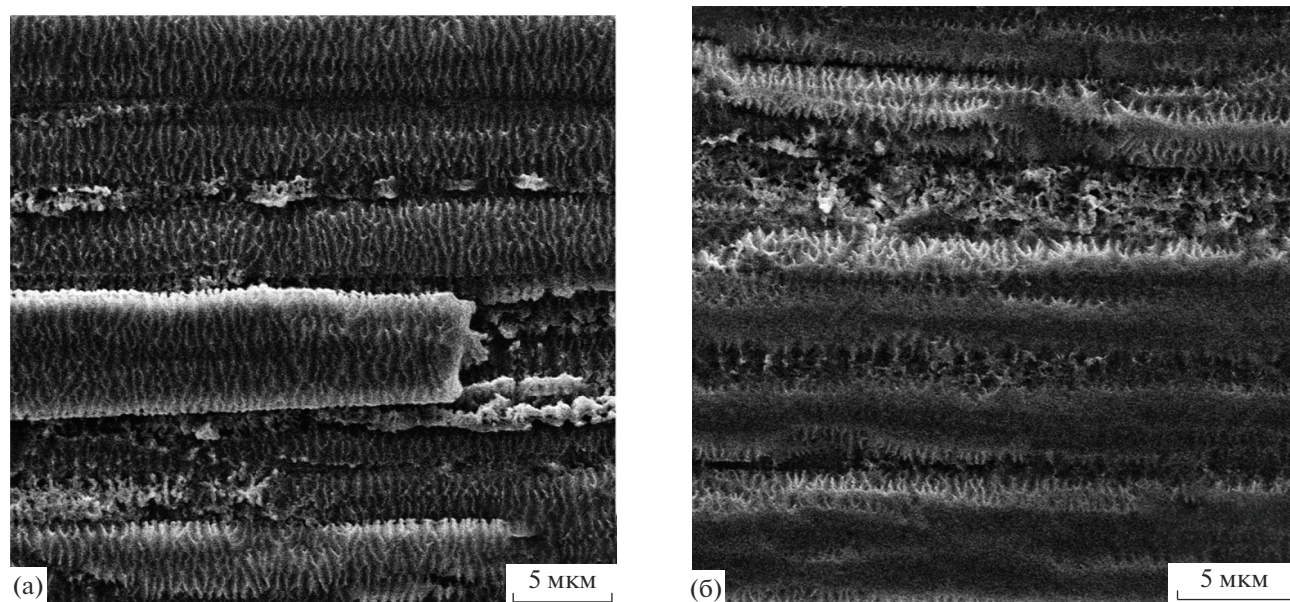


Рис. 5. РЭМ-изображения волокон композита КУП-ВМ после облучения ионами C^+ с энергией 30 кэВ и последующего их облучения ионами N_2^+ с энергией 30 кэВ при температуре $\sim 300^\circ C$ в эпицентре облучения пучком ионов азота (а) и на периферии (б).

поверхности волокна после облучения ионами углерода и аргона.

Отсутствующее при облучении ионами углерода и характерное при облучении другими ионами гофрирование поверхности волокна [4–8, 13] можно связать с отсутствием или наличием процессов пластической деформации графита в результате двойникования при релаксации механических напряжений, возникающих в облучаемом поверхностном слое. Исследования [14] воздействия облучения ионами гелия и дейтерия на поверхность высокоориентированного пиролитического графита показали, что причиной механических напряжений является неоднородная по глубине усадка в базисной плоскости, обусловленная градиентом профиля радиационных нарушений $v(x)$. Влияние формы профиля $v(x)$ при ионном облучении углеродных волокон детально анализировали в [13]. Показано, что если максимум радиационных нарушений v находится на поверхности волокна, то базисная усадка в облучаемом поверхностном слое и возникающие при этом механические напряжения приводят сначала к формированию затравочных двойников кристаллов, которые с увеличением флуенса образуют на поверхности субмикронные призматические элементы с углами наклона от 30° до 50° . При облучении поверхности углеродного волокна ионами гелия с энергией 30 кэВ профиль $v(x)$ немонотонный, с максимумом смещений на атом под поверхностью волокна, и наибольшая усадка происходит в глубине. Возникающие при этом механические напряжения компенсируются двой-

никованием в глубине оболочки волокна. Поверхность из-за усадки в глубине искривляется, последующее облучение увеличивает это искривление и наклон таких участков поверхности вплоть до скользящих условий облучения. Надмолекулярная ламеллярная структура оболочки определяет вытянутую вдоль оси волокна форму ионно-индуцированных морфологических элементов на поверхности. При достаточно больших флуенсах на поверхности образуются ориентированные вдоль оси волокна хребты с отвесными стенками.

Иная картина наблюдается при облучении углеродного волокна ионами углерода. Как отмечалось выше, уровень первичных радиационных нарушений v в растущем имплантированном углеродном слое один и тот же (~ 110 сна по результатам моделирования облучения графита ионами C^+ с энергией 30 кэВ). В таких условиях механические напряжения из-за отсутствия градиента v возникать не могут, и не будут, следовательно, пластической деформации графита. Рельеф поверхности будет оставаться на микроскопическом уровне гладким.

Описанная причина, почему при облучении ионами углерода поверхность волокна остается гладкой, не единственная. Это показал специальный эксперимент с дополнительным облучением имплантированного углеродного слоя молекулярными ионами азота, которое приводит к эффективному гофрированию поверхности углеродных волокон из ПАН [6, 7, 12].

На рис. 5 приведены РЭМ-изображения облученного ионами азота с энергией 30 кэВ при температуре $\sim 300^\circ\text{C}$ композита КУП-ВМ, первоначально облученного ионами углерода с энергией 30 кэВ при температуре 250°C , в эпицентре облучения пучком ионов азота (рис. 5а) и на периферии (рис. 5б). Сравнение показывает, что процесс гофрирования происходит исключительно на поверхности оболочки волокна после распыления имплантированного слоя углерода. РЭМ-изображения периферии, где флуенс облучения ионами азота был недостаточным для распыления имплантированного углеродного слоя, характерны для травленной поверхности разупорядоченного углерода [26]. По-видимому, необходимая для ионно-индуцированного гофрирования текстура в имплантированном углеродном слое в описанных условиях облучения не формируется.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено сравнение структуры и морфологии поверхности углеродных волокон, армирующих композит КУП-ВМ после высокодозного облучения ионами C^+ и Ag^+ с энергией 30 кэВ при температуре $\sim 250^\circ\text{C}$, с использованием растровой электронной микроскопии, лазерной гониофотометрии и спектроскопии комбинационного рассеяния света.

Найдено, что высокодозное облучение углеродных волокон ионами углерода, в отличие от облучения ионами инертных газов и азота с той же энергией, не приводит к гофрированию поверхности волокна.

Отсутствие гофрирования поверхности углеродного волокна при облучении ионами углерода показывает, что для гофрирования необходимы градиент радиационных нарушений в модифицированном слое и характерная для оболочки углеродного волокна на основе полиакрилонитрила текстура.

БЛАГОДАРНОСТИ

Исследование выполнено частично за счет гранта Российского научного фонда (проект № 21-79-30058).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Virgil'ev Yu.S., Kalyagina I.P.* // Inorg. Mater. 2004. V. 40. P. S33.
2. *Варшавский В.Я.* Углеродные волокна. М.: Варшавский В.Я., 2005. 496 с.
3. *Мелешко А.И., Половников С.П.* Углерод, углеродные волокна, углеродные композиты. М.: Сайнс-пресс, 2007. 192 с.
4. *Андрианова Н.Н., Аникин В.А. Борисов А.М. и др.* // Изв. РАН. Сер. физ. 2018. Т. 82. № 2. С. 140.
5. *Аникин В.А., Борисов А.М., Макунин А.В. и др.* // Ядерная физика и инжиниринг. 2018. Т. 9. № 2. С. 122.
6. *Borisov A.M., Chechenin N.G., Kazakov V.A. et al.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2019. V. 460. P. 132.
7. *Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Казаков В.А., Макунин А.В., Машкова Е.С., Овчинников М.А.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2020. № 3. С. 20.
8. *Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Казаков В.А. и др.* // Изв. РАН. Сер. физ. 2020. Т. 84. № 6. С. 857.
9. *Guo X., Zhang K., Cheng J. et al.* // Appl. Surf. Sci. 2019. V. 475. P. 571.
10. *Burchell T.D.* // MRS Bull. 1997. V. 22. № 4. P. 29.
11. *Борисов А.М., Виргильев Ю.С., Машкова Е.С.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2008. № 1. С. 58.
12. *Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S. et al.* // Horizons in World Physics. Nova Science Publishers, 2013. V. 280. P. 171.
13. *Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S. et al.* // Vacuum. 2021. V. 188. P. 110177.
14. *Bacon D.J., Rao A.S.* // J. Nucl. Mater. 1980. V. 91. P. 178.
15. *Liu D., Cherns D., Johns S. et al.* // Carbon. 2021. V. 173. P. 215.
16. *Borisov A.M., Kazakov V.A., Mashkova E.S. et al.* // Vacuum. 2018. V. 148. P. 195.
17. *Mashkova E.S., Molchanov V.A.* Medium-Energy Ion Reflection from Solids. Amsterdam: North-Holland, 1985. 444 p.
18. *Ehrhart P., Schilling W., Ullmaier H.* // Radiation Damage in Crystals. Encycl. Appl. Phys. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2003. P. 429.
19. *Ziegler J.F., Biersack J.P.* SRIM, 2013. <http://www.srim.org>
20. *Шульга В.И.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2019. № 6. С. 109.
21. *Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S. et al.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2013. V. 315. P. 117.
22. *Carter G., Webb R., Collins R.* // Rad. Eff. 1978. V. 37. P. 21.
23. *Ferrari A.C., Robertson J.* // Phys. Rev. B. 2000. V. 61. P. 14095.
24. *Pimenta M.A., Dresselhaus G., Dresselhaus M.S. et al.* // Phys. Chem. Chem. Phys. 2007. V. 9. № 11. P. 1276.
25. *Larouche N., Stansfield B.L.* // Carbon. 2010. V. 48. № 3. P. 620.
26. *Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.C., Virgiliev Y.S.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2009. V. 267. P. 2778.

Modification of the Carbon Fiber Surface under High-Fluence Irradiation with Carbon Ions

A. M. Borisov^{1, 2, *}, E. A. Vysotina³, E. S. Mashkova⁴, M. A. Ovchinnikov⁴, M. A. Timofeev⁴

¹*Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, 125993 Russia*

²*Moscow State University of Technology "STANKIN", Moscow, 127055 Russia*

³*Keldysh Research Center, Moscow, 125438 Russia*

⁴*Moscow State University, Skobeltsyn Institute of Nuclear Physics, Moscow, 119991 Russia*

**e-mail: anatoly_borisov@mail.ru*

The results of the effect of high-fluence irradiation (fluence $\sim 3 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}$) with 30 keV C^+ ions at a temperature of 250°C on the structure and surface morphology of polyacrylonitrile-based carbon fibers reinforcing the KUP-VM composite are presented and discussed. Scanning electron microscopy shows that the irradiation of carbon fibers with their own ions doesn't lead, as in the cases of irradiation with ions noble gases and nitrogen, to the corrugation of the fiber surface. The roughness of the composite surface remains comparable to the non-irradiated sample. According to Raman spectroscopy data, irradiation with carbon ions at temperatures above the temperature of dynamic annealing of radiation damage leads to the formation of a disordered graphite-like layer, as in the cases of irradiation with noble gas ions. The absence of corrugation of the carbon fiber surface under irradiation with carbon ions is associated with the absence of a gradient of radiation damage in modified layer and the texture characteristic of a carbon fiber shell based on polyacrylonitrile.

Keywords: high-fluence ion irradiation, PAN-based carbon fibers, carbon ions, ion-induced topography, laser goniophotometry, Raman spectroscopy.