

УДК 539.21

СКАНИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТЕЙ ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ СТРУКТУР И НЕФТЯНЫХ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

*канд. тех. наук, доц. А.В. ВАСЮКОВ,
канд. физ.-мат. наук, доц. С.А. ВАБИЩЕВИЧ, В.А. КРИШТОПА
(Полоцкий государственный университет)*

Работы, выполненные с помощью атомно-силового микроскопа NT-207, показали большие возможности исследования поверхности веществ методами сканирующей зондовой микроскопии. Атомно-силовая микроскопия может применяться для исследования поверхности веществ в широком диапазоне: от нефтяных дисперсных систем (гудрон, битум) до поверхности любых твердотельных структур. Атомно-силовой микроскоп NT-207 позволяет измерять шероховатость исследуемой площади поверхности, изучать рельеф поверхности, измерять размеры кластеров и наночастиц, определять физико-механические свойства материала.

Ключевые слова: *атомно-силовая микроскопия, шероховатость, морфология поверхности, фоторезист, гудрон, нефтяной кокс, керамика, золото, сапфир, наночастицы, дисперсные системы, монокристаллы, поликристаллы, металлы.*

Введение. По мнению известного швейцарского экономиста Клауса Мартина Шваба, наша цивилизация уже вступила в четвертую промышленную революцию. Наиболее востребованными в XXI столетии будут междисциплинарные исследования и разработка технологии в области физики, химии, цифровой информатики, биологии. Перспективным направлением также является разработка новых материалов, получаемых по инновационным технологиям, базирующимся на новых научных принципах, что подразумевает развитие современных физико-химических методов анализа. Особую значимость на современном этапе приобретает возможность проведения исследований в нанодиапазоне, что обусловлено развитием таких технологий, как бионанотехнологии, военные нанотехнологии, наноэлектроника, супрамолекулярная химия, разработка гибридных наноматериалов, наножидкостей и др.

К наиболее современным и перспективным методам исследования поверхности твердого тела относятся сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) и ее основные виды, нашедшие наиболее широкое применение в научных исследованиях: сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), атомно-силовая микроскопия (АСМ), электросиловая микроскопия (ЭСМ), магнитно-силовая микроскопия (МСМ), ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ) [1].

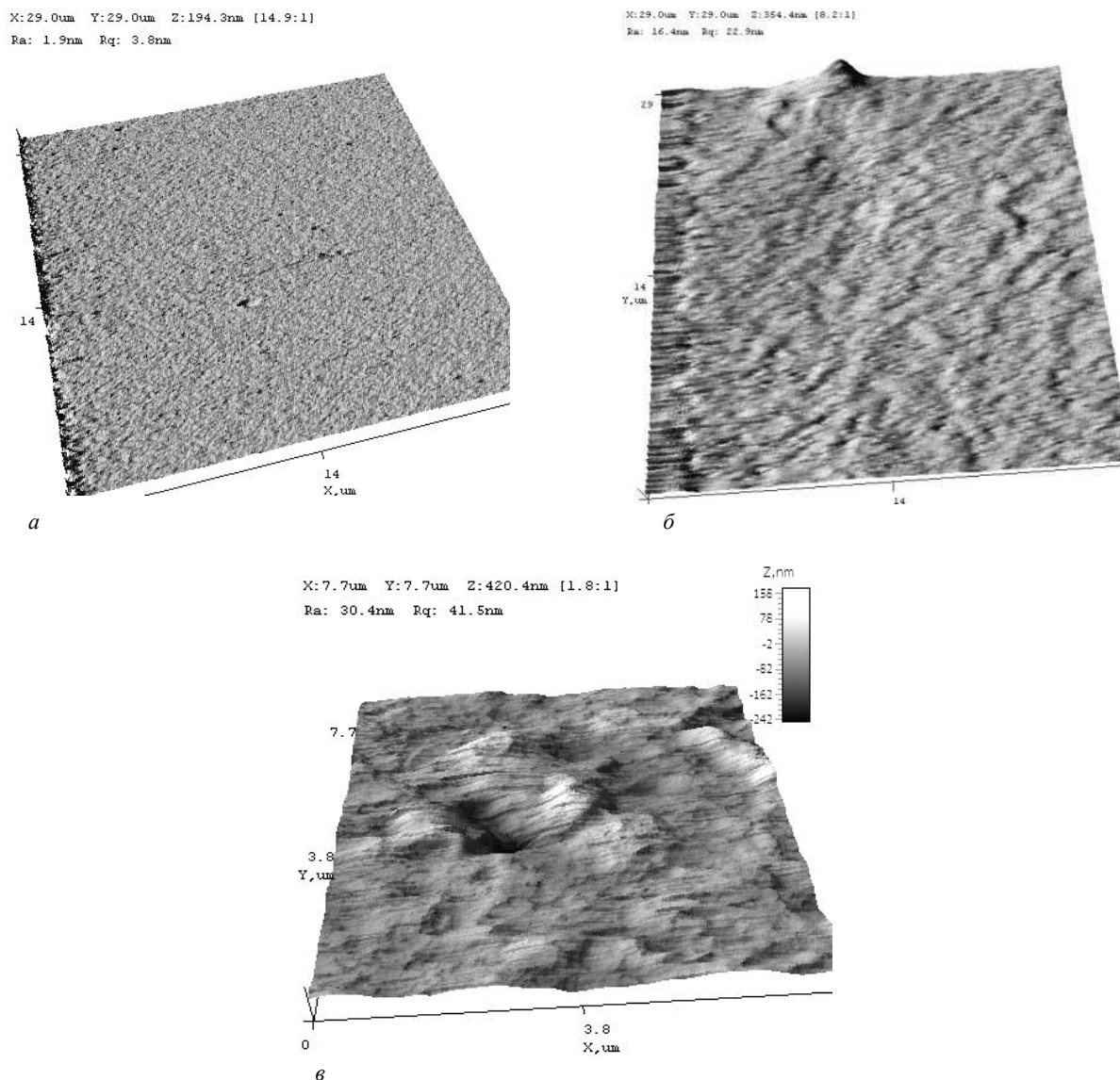
Цель настоящей работы состоит в анализе возможности применения метода АСМ для широкого класса материалов.

Методика эксперимента и обсуждение результатов исследований. Морфология поверхности исследовалась методом атомно-силовой микроскопии при комнатной температуре в полуконтактном резонансном режиме на приборе NT-207 (производство ОДО «Микротестмашины», г. Гомель). Использовались кантилеверы с радиусом закругления менее 10 нм. При исследовании нефтяных дисперсных систем, в силу их пластичности, применялись специальные методы подготовки и исследования образцов. Исследуемые поверхности образцов представлены в 3D-изображении, полученном с помощью программного обеспечения АСМ NT-207.

В современной полупроводниковой микро- и наноэлектронике для модификации электрофизических свойств материалов широко используется ионная имплантация. При этом повышение степени интеграции предъявляет высокие требования к блоку операций, обеспечивающих маскирование ионного пучка. В качестве масок в процессах субмикронной и нанолитографии важную роль играют диазохинон-новолачные (ДХН) резисты [2]. Известно [2–6], что технологическая обработка полупроводниковых материалов и структур, применяемая на различных этапах производства полупроводниковых приборов, способна существенным образом повлиять на физико-механические свойства самих материалов и наносимых на них пленок. По этой причине возникает необходимость исследования поверхности и приповерхностной области полупроводников и адгезионных свойств пленок. Согласно проведенным исследованиям [5, 6] метод АСМ может успешно применяться для решения указанных задач.

На рисунке 1, а показано изображение поверхности позитивного фоторезиста ФП9120, нанесенного с помощью центрифугирования на полированную поверхность монокристаллического кремния. В данном случае фоторезист является защитной маской при ионном легировании кремния 3-валентными

ионами бора. Проведенные исследования поверхности позволили сделать выводы о модификации свойств фоторезиста под влиянием ионной имплантации в зависимости от дозы облучения и адгезионных свойств фоторезиста.



***a* – фоторезист ФП9120; *б* – гудрон; *в* – прокаленный нефтяной кокс**

Рисунок 1. – 3D-изображения поверхности образцов различного строения

Возможность использования метода АСМ для исследования свойств нефтяных дисперсных систем анализировалась на примере поверхности гудрона (рисунок 1, *б*) и прокаленного нефтяного кокса (рисунок 1, *в*).

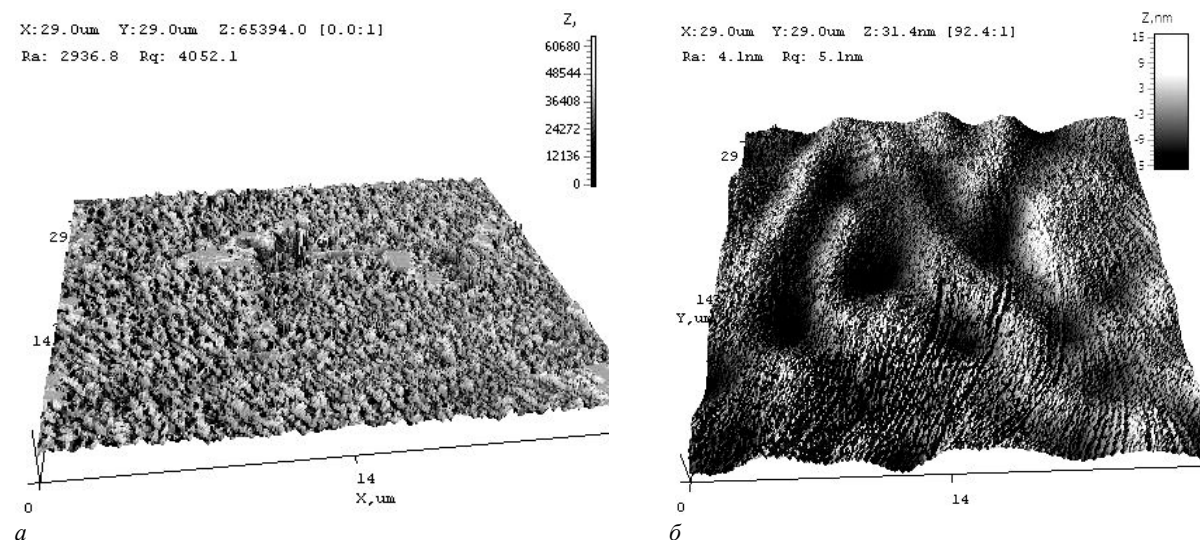
Гудрон относится к нефтяным дисперсным системам продуктам переработки нефти. Гудрон – вязкая жидкость, имеет низкую температура плавления в диапазоне от 12 до 55 °С. Определить структуру поверхности гудрона при комнатной температуре прямыми методами АСМ не представлялось возможным, поскольку материал не сохранял форму нанесения, растекался, поэтому для проведения эксперимента была применена технология Ленгмюра-Блоджетт.

Нефтяной кокс – это твердое вещество плотностью 1400–1500 кг/м³ с высоким содержанием углерода [7]. Поверхность нефтяного кокса слоиста и имеет блочное построение и пористость. Блоки кокса сформированы в виде кластеров разных размеров, сливающихся друг с другом. Для поверхности прокаленного нефтяного кокса характерна большая упорядоченность поверхности, сформированной из более крупных блоков, характеризующихся плавностью граней. Блоки кокса сформированы в виде крупных

наноразмерных структур, имеющих выраженную границу относительно друг друга. Методом АСМ (рисунок 1, в) хорошо выявлялись вскрытые поры на поверхности материала [8].

3D-изображения, представленные на рисунке 1, б, позволяют обнаружить на поверхности дисперсных систем наличие соприкасающихся фаз, между которыми образуются неоднородные зоны [9–11], состоящие из жидкостных и газовых наполнений. Внутри этих неоднородных зон происходят изменения локальных физико-химических свойств системы, которые и определяют характер рисунка поверхности.

Представленные на рисунке 2 изображения в 3D-формате позволяют исследовать поверхность кристаллических веществ – поликристаллов и монокристалла.



a – керамики TiO_2 ; *б* – сапфира

Рисунок 2. – 3D-изображения поверхности

На рисунке 2, *a* показано изображение поверхности керамики, полученной из мелкодисперсного порошка TiO_2 , спрессованного и прокаленного при температуре 1000°C . На рисунке хорошо виден характерный рельеф поверхности.

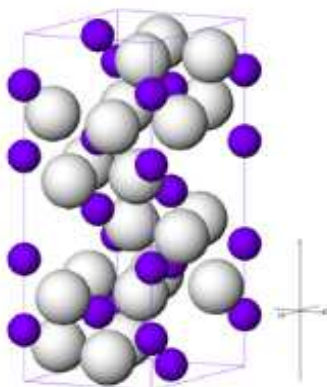


Рисунок 3. – Сапфир. Атомная структура [13]

В качестве образца для исследования поверхности сапфира был взят монокристалл полированного сапфира, применяемый как подложка при изготовлении полупроводниковых интегральных микросхем. 3D-изображение поверхности сапфира представлено на рисунке 2, б. Монокристаллы сапфира – корунда (рисунок 3) – относятся к дитригонально-скаленоэдрическому классу тригональной симметрии C (L_33L_23PC) с элементами симметрии: зеркально-поворотной осью шестого порядка (осью инверсии третьего порядка); перпендикулярными к ней тремя осями второго порядка; тремя плоскостями симметрии, перпендикулярными к осям второго порядка и пересекающимися по оси высшего порядка – центром симметрии. Кристаллическая решетка – Al_2O_3 образована ионами Al^{3+} и O^{2-} [12].

Морфология сапфира является следствием условий роста и особенностей структуры. Для кристаллов сапфира свойственен дендритный рост. Замечено, что при росте кристалл продвигается не гранью, а ступеньками или зубцами. Увеличение степени переохлаждения расплава способствует преобладающему росту вершин ромбоэдра. Такая кинетика приводит к дендритному росту. На поверхности сапфира выявляются неровности высотой до 17 нм (см. рисунок 2, б).

На рисунке 4 представлено 2D-изображение поверхности золотой контактной площадки и профиль по линии сканирования 1-2.

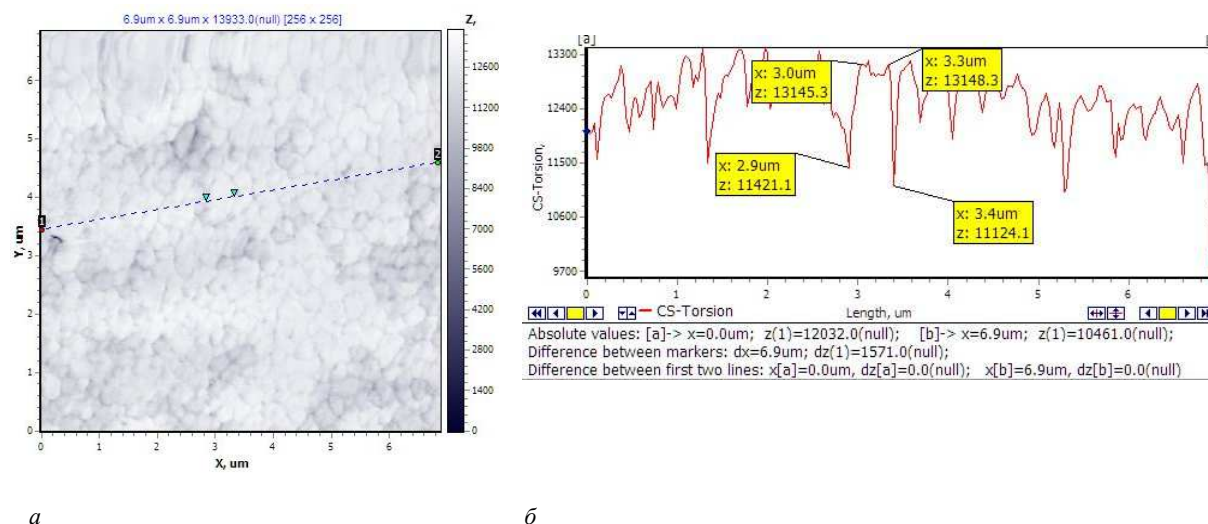


Рисунок 4. – 2D-изображение поверхности золотой контактной площадки (а) и профиль по линии сканирования 1-2 (б)

Графические исследования скана может быть проведено на основании информации, полученной при анализе рисунка 4, б. Маркированная наночастица выделена на линии сканирования 1-2 (рисунок 4, а). Проводя несложные математические вычисления, получим: среднюю высоту наночастицы – 1872,2 нм, ширину нижней части наночастицы – 500 нм, ширину верхней части наночастицы – 300 нм, средняя арифметическая шероховатость поверхности (R_a) – 512,1 нм, средняя квадратичная шероховатость поверхности (R_q) – 673,8 нм.

Закключение. Представленные в настоящей работе результаты свидетельствуют о том, что сканирующая зондовая микроскопия и один из ее основных видов – атомная силовая микроскопия – может применяться для исследования поверхности веществ в широком диапазоне: нефтяных дисперсных систем (гудрон, битум), поверхности поликристаллических и монокристаллических твердотельных структур, нанесенных на твердое тело пленок.

ЛИТЕРАТУРА

1. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии : учеб. пособие для студентов старших курсов вузов / В.Л. Миронов. Рос. акад. наук, Ин-т физики микроструктур. – Нижний Новгород, 2004. – 114 с.
2. Ion implantation of positive photoresists / D.I. Brinkevich [et al.] // Russian Microelectronics. – 2014. – V. 43, № 3. – P. 194–200.
3. Defect formation in silicon implanted with ~1 MeV / nucleon ions / S.A. Vabishchevich [et al.] // Inorganic materials. – 2010. – V. 46, № 12. – P. 1281–1284.
4. Редкоземельные элементы в монокристаллическом кремнии / Д.И. Бринкевич [и др.] – Новополоцк : Полоцкий государственный университет, 2003. – 204 с.
5. Микротвердость пленок сополимеров на основе метилметакрилата, облученных γ -квантами / С.А. Вабищевич [и др.] // Вестник Полоцкого государственного университета. Серия С. Фундаментальные науки. – 2016. – № 12. – С. 30–36.
6. Прочностные свойства структур фоторезист-кремний, γ -облученных и имплантированных ионами B^+ и P^+ / С.А. Вабищевич [и др.] // Вестник Полоцкого государственного университета. Серия С. Фундаментальные науки. – 2016. – № 12. – С. 51–57.

7. Химия нефти и газа : учеб. пособие для вузов / А.И. Богомолов [и др.] ; под ред. В.А. Проскурякова, А.Е. Драбкина. – 3-е изд., доп. и исп. – СПб. : Химия, 1995. – 448 с.
8. Васюков, А.В. Определение структурных характеристик нефтяного кокса с помощью атомно-силовой микроскопии / А.В. Васюков, П.М. Поляшкевич // Фундаментальные и прикладные исследования в технических науках в условиях перехода предприятий на импортозамещение: проблемы и пути решения : сб. тр. Всерос. науч.-техн. конф. с междунар. участием, Стерлитамак, 17–18 дек. 2015 г. / Уфимский государственный нефтяной технический университет, Филиал УГНТУ. – Стерлитамак, 2015. – С. 86–88.
9. Туманян, Б.П. Научные и прикладные аспекты теории нефтяных дисперсных систем / Б.П. Туманян. – М. : ООО «ТУМА ГРУПП» ; Изд-во «Техника», 2000. – 336 с.
10. Элементы структуры тяжелых нефтяных остатков и их изменение в процессе термического и термоокислительного воздействия / С.М. Ткачев [и др.] // Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии : сб. докл. XII Междунар. конф., Минск, 18–21 окт. 2016 г. / Нац. акад. Беларуси, Ин-т тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова ; редкол.: С.А. Чижик (пред.) [и др.]. – Минск : Беларуская навука, 2016. – С. 189–195.
11. Васюков, А.В. Трансформация структуры углеродных материалов в процессе термической обработки / А.В. Васюков, С.М. Ткачев, П.М. Поляшкевич // Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии : сб. докл. XII Междунар. конф., Минск, 18–21 окт. 2016 г. / Нац. акад. Беларуси, Ин-т тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова ; редкол.: С.А. Чижик (пред.) [и др.]. – Минск : Беларуская навука, 2016. – С. 169–175.
12. Сапфир физические свойства [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://sapphire.furs.com.ua/site/page45.aspx08.02.2017>.
13. Кристаллические решетки. Рисунки [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://yandex.by/images/search?text=кристаллическая%20решетка%20сапфира&noreask=1&lr=15408.02.2017>.

Поступила 02.03.2017

SCANNING SURFACES SOLID STRUCTURES AND OIL-WAIST VAR SYSTEMS BY ATOMIC FORCE MICROSCOPY

A. VASUKOV, S. VABISHCHEVICH, V. KRISHTOPA

The work carried out using an atomic force microscope the NT-207 demonstrated broad research opportunities surface materials using scanning probe microscopy. Atomic force microscopy can be used to study the surface of the materials in a wide range - from the oil disperse systems (tar, bitumen) to the surface of any solid-state structures. The atomic force microscope is the NT-207 allows you to measure the roughness of the surface area of study, studying topography, measure the size of clusters and nanoparticles, to determine physical-mechanical properties of material.

Keywords: atomic force microscope, roughness, surface morphology, photoresist, tar, petroleum coke, ceramics, gold, sapphire, nanoparticle dispersions, single crystals, polycrystals, metals.