

УДК 53.086

Измерения параметров топографии поверхности синтетического опала при помощи сканирующего атомно-силового микроскопа

Сырицкий А.Б., студент

Булатова К.А., абитуриент

*Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Метрология и взаимозаменяемость»*

Научный руководитель: Комшин А.С., к.т.н, доцент

Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана

bauman@bmstu.ru

Разработка и исследование новых наноструктурированных композитов в настоящее время вызывают значительный интерес в связи с широкими возможностями их использования в различных областях приборостроения, микроэлектроники, информационной техники и медицины. Один из вариантов получения нанокомпозитов состоит во введении различных материалов в пористые матрицы, такие как, например, молекулярные решетки, пористые стекла, цеолиты, опалы [1]. Опаловые матрицы обладают связанной регулярной сеткой пор между сферами из рентгеноаморфного кремнезема, образующими плотноупакованный каркас. Размер сфер имеет порядок длины волны света, что привело к использованию для таких материалов термина "фотонные кристаллы". Нанополости в опаловых матрицах бывают двух типов (октаэдрические и тетраэдрические) в зависимости от расположения ближайших кремнеземных сфер.

Основное отличие в получении технического опала от ювелирного состоит в условиях осаждения монодисперсных частиц SiO_2 , что достигается использованием метода седиментации при отсутствии вибраций и тепловых конвекций. Хотя особого внимания требует подготовка подложки (степень шероховатости, плоскопараллельность, состав), главное в технологии получения технического опала – способ упрочнения упорядоченного опаловидного материала. Если в ювелирном опале основное упрочнение достигается пропиткой кремнеземами, склеивающими частицы, заполняющими межглобулярное пространство в опаловой матрице, то в техническом опале такой подход совершенно исключен, поскольку поровое пространство должно быть свободно, а посторонние примеси недопустимы. Поэтому, для получения высококачественного синтетического опала существует многоступенчатая профильная обработка сырья,

параметры обработки которой зависят от многих факторов, в том числе, от толщины осадка, размера частиц, назначения материала и т.д.

Образец, использованный в данном исследовании, был получен путем естественного испарения коллоидного раствора и образованием в итоге самоорганизованной твёрдой структуры, с поверхностью имеющей вид, показанный на рисунке 1.

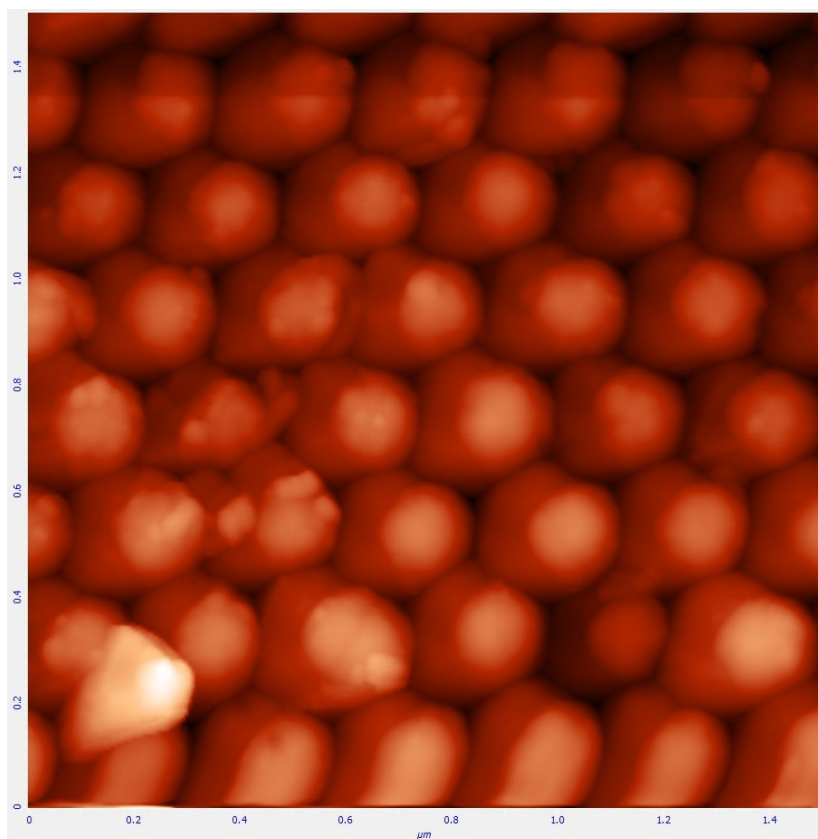


Рис.1. Двухмерное АСМ изображение структуры синтетического опала

На рисунке 1 можно увидеть некоторые посторонние включения в порах между сферами кремнезема, но в целом структура строго упорядочена, что подтверждает и малый разброс значений периодов между центрами сфер. Также диаметр глобул стабилен и находится в зоне типичных значений для подобных структур (250-270 нм). На рисунке 2 на примере отдельно взятой глобулы виден результат измерения диаметра равный 253,7 нм.

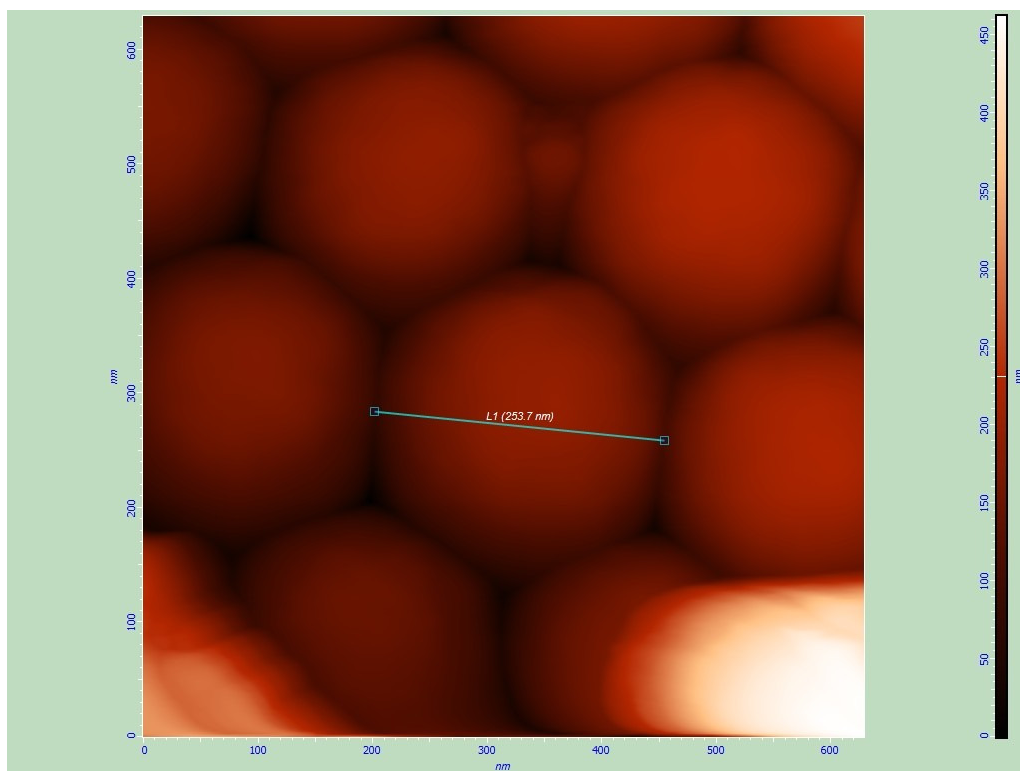


Рис. 2. Измерение диаметра глобулы

На рисунке 2 показан приём измерения длины (а в данном случае диаметра) при помощи инструмента «Length» стандартного программного обеспечения (ПО) микроскопа. Применение данного инструмента позволяет быстро оценить на скане поверхности длину между двумя точками, установленными оператором, но при этом вносится субъективная погрешность. Эта погрешность обуславливается тем, что точки, заданные оператором, не попадают на границу зерна. Эта погрешность может быть устранена использованием измерений профиля сечения поверхности, проведенного по нормали в ней. Пример измерения диаметра глобулы подобным методом приведен на рисунке 3. Диаметр глобулы является параметр $DX=254,3$ нм.

Из рисунка 3 видно, что на профиле поверхности границы зерна определены однозначно, что исключает субъективную ошибку при выборе точек, между которыми следует измерить расстояние. Также можно оценить субъективную погрешность измерения диаметра, показанного на рисунке 2. Она будет равна разности результата измерения профиля поверхности и результата измерения при помощи инструмента «Length» стандартного ПО.

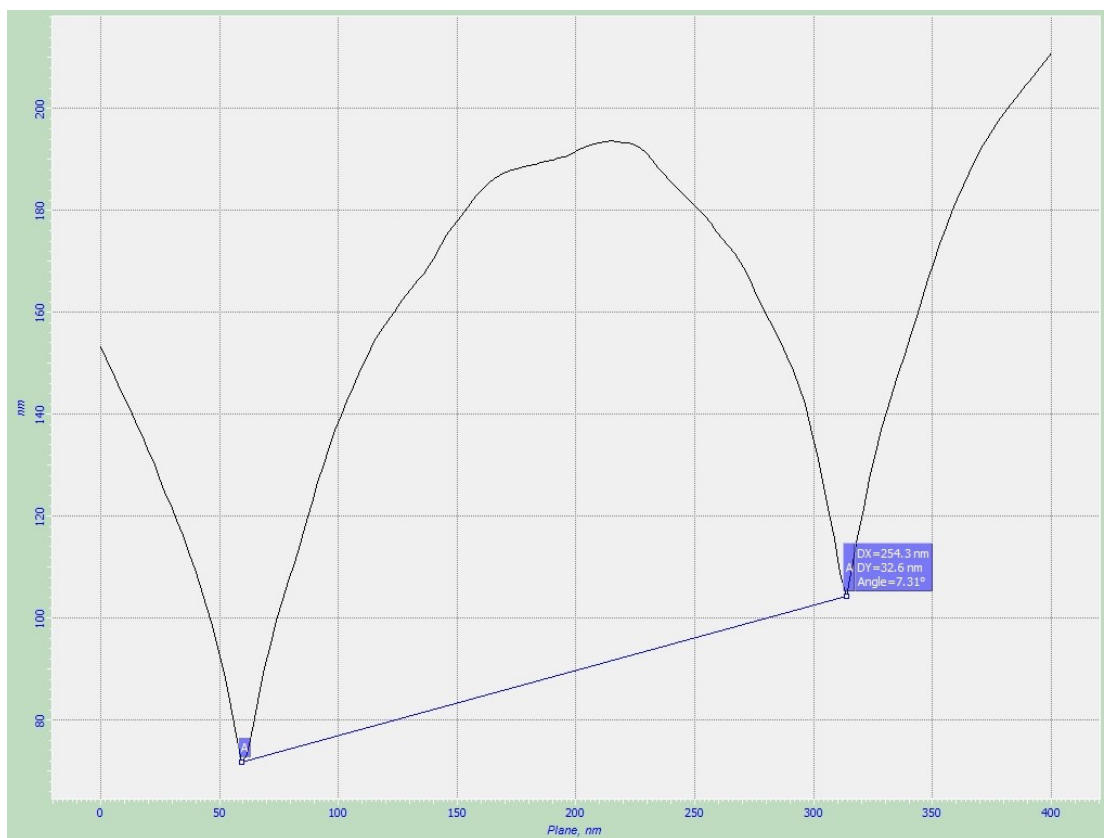


Рис. 3. Профиль поверхности отдельно взятой глобулы

Однако на том же образце, при исследовании в точке, удаленной на несколько сотен микрометров от представленной на рисунке 1, была обнаружена область с неупорядоченной структурой. Результаты исследования в данной точке представлены на рисунках 4 и 5.

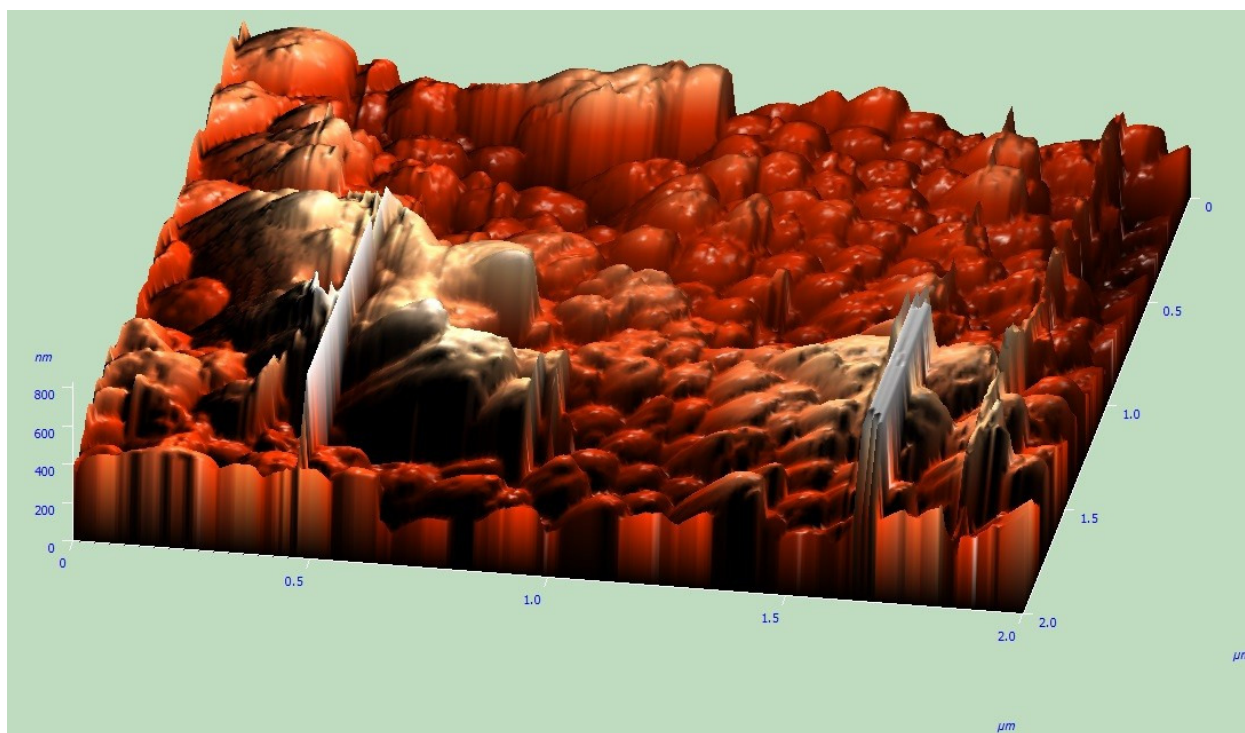


Рис. 4. Трехмерное изображение поверхности в точке с неупорядоченной структурой

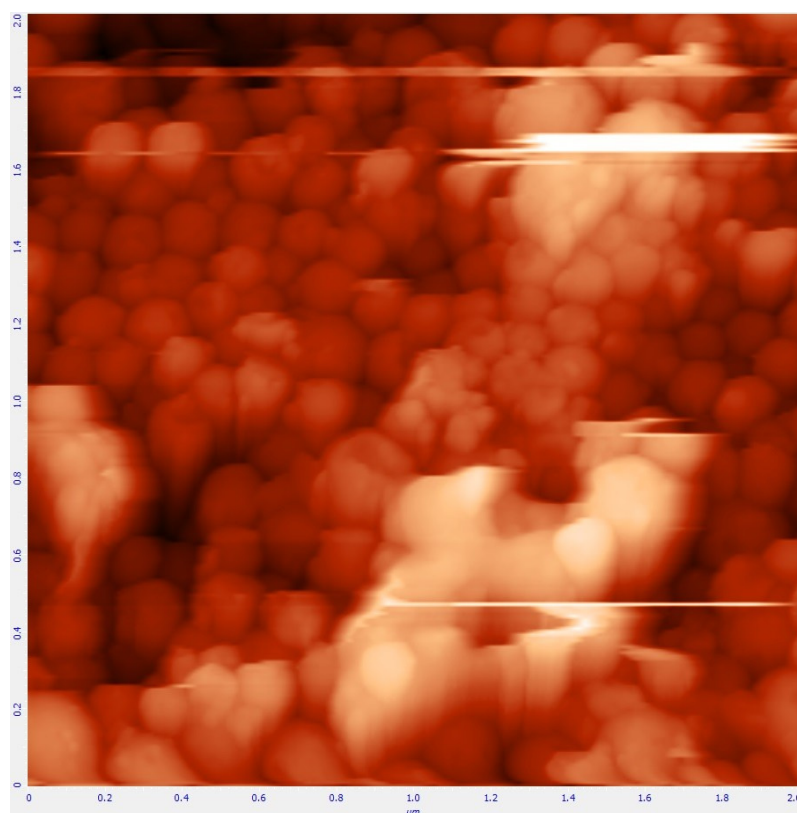


Рис. 5. Двухмерное изображение поверхности в точке с неупорядоченной структурой

Искажения на приведенных сканах объясняются влиянием внешних факторов на процесс сканирования (несоответствие внешних условий нормальным, так как при <http://sntbul.bmstu.ru/doc/700789.html>

проведении исследований АСМ не находился в чистой комнате), а также наличием крупных дефектов непосредственно на поверхности исследуемого образца. Тем не менее на рисунке 5 отчетливо видна неупорядоченность структуры зерен, а на рисунке 4 видны перепады высот, некоторые «холмы» и «овраги» на поверхности образца. Данное наблюдение можно объяснить влиянием некорректной седиментации (оседание частиц дисперсной фазы в жидкости или газе под действием гравитационного поля или центробежных сил), при помощи которой был получен образец для исследования. Некорректность процесса седиментации выражается в отсутствии должной защиты от вибрации, во влиянии тепловых конвекций, наличие примесей в растворе или просто пылинок, которые при осаждении на слой опала могут вызвать дефекты, подобные искажениям на рисунке 5.

Структура и свойства рельефа поверхности могут характеризоваться широким набором характеристик и параметров (R_a , R_z , S , R_{max} , R_{ms} , S_m и др.), что особенно важно при проведении 3D-измерений параметров рельефа и шероховатости поверхности в нанометровом диапазоне.

Следует отметить, что техническим комитетом ISO TC 213 (Dimensional and Geometrical Product Specifications and Verification) в настоящее время ведутся активные работы по переопределению параметров, описывающих рельеф с учетом трехмерности реальной текстуры поверхности. Стандарты группы ISO 25178 “Geometric Product Specification – Surface texture: areal” (2010г.) [3] призваны определять способы описания трехмерной текстуры рельефа поверхности и методы измерения соответствующих параметров рельефа. При этом для описания трехмерной текстуры рельефа поверхности стандарт ISO 25178 использует обширный круг параметров, отличающихся от приведенных в предыдущем абзаце. Например: S_q – среднеквадратичная высота поверхности, S_{sk} – асимметрия распределения высот, S_{ku} – эксцесс распределения высот, V_m – объем материала на заданной высоте и прочие.

Приведем пример использования данных параметров при исследовании структуры опаловой матрицы. Был получен скан поверхности синтетического опала и произведены вычисления параметров шероховатости в различных зонах. На рисунке 6 показаны результаты в зоне, отличающейся наибольшей упорядоченностью структуры без явных дефектов и посторонних включений. Эксцесс распределения высот равен $S_{ka} = -0,905338$ и это значение указывает на высокую степень равномерности распределения высот профиля поверхности в области, ограниченной светлым прямоугольником (примечание: обозначение данного параметра в ПО микроскопа немного отличается от принятого стандартом ISO 25178). На рисунке 7 в свою очередь

показаны результаты в зоне, отличающейся ярко выраженным наличием посторонних включений в полостях между зернами структуры. Тут уже эксцесс распределения высот принимает значение $Ska = -0,597983$, то есть увеличивается по сравнению с предыдущим измерением, а это значит, что возросла неравномерность распределения высот из-за возникновения посторонних включений. И наконец, на рисунке 8 показаны результаты в зоне, обусловленной наличием ярко выраженного дефекта, а именно, вероятно попаданием пылинки на исследуемую поверхность. При этом эксцесс распределения принимает положительное значение $Ska = 3,89883$ и намного увеличивается по сравнению с предыдущими измерениями.

Эти результаты дают возможность сделать вывод, что с ростом дефектности подобных строго упорядоченных поверхностей, таких как синтетический опал, растет параметр эксцесса распределения высот Sku .

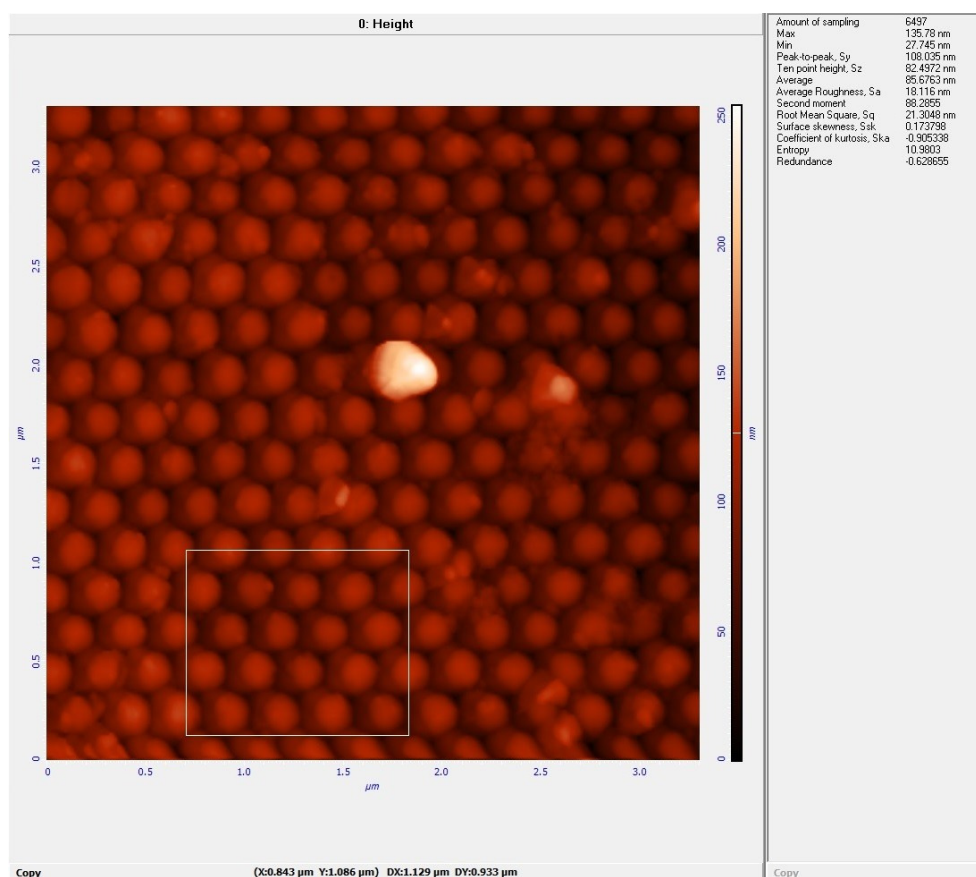


Рис. 6. Измерение параметров шероховатости в зоне без дефектов

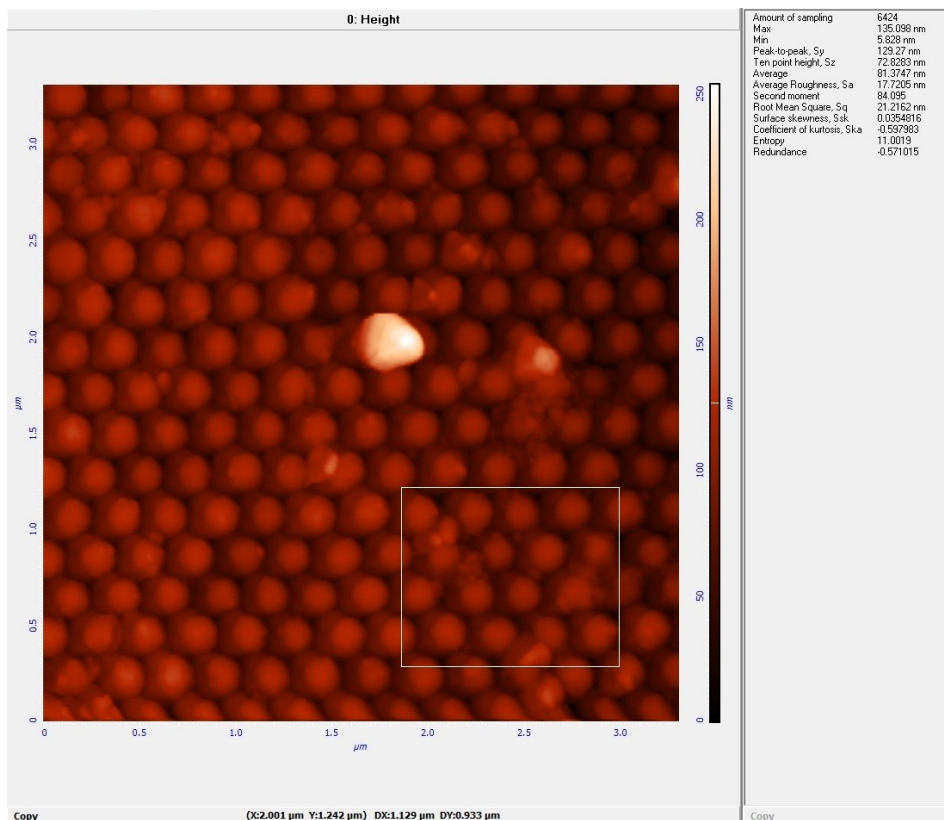


Рис. 7. Измерение параметров шероховатости в зоне с посторонними включениями

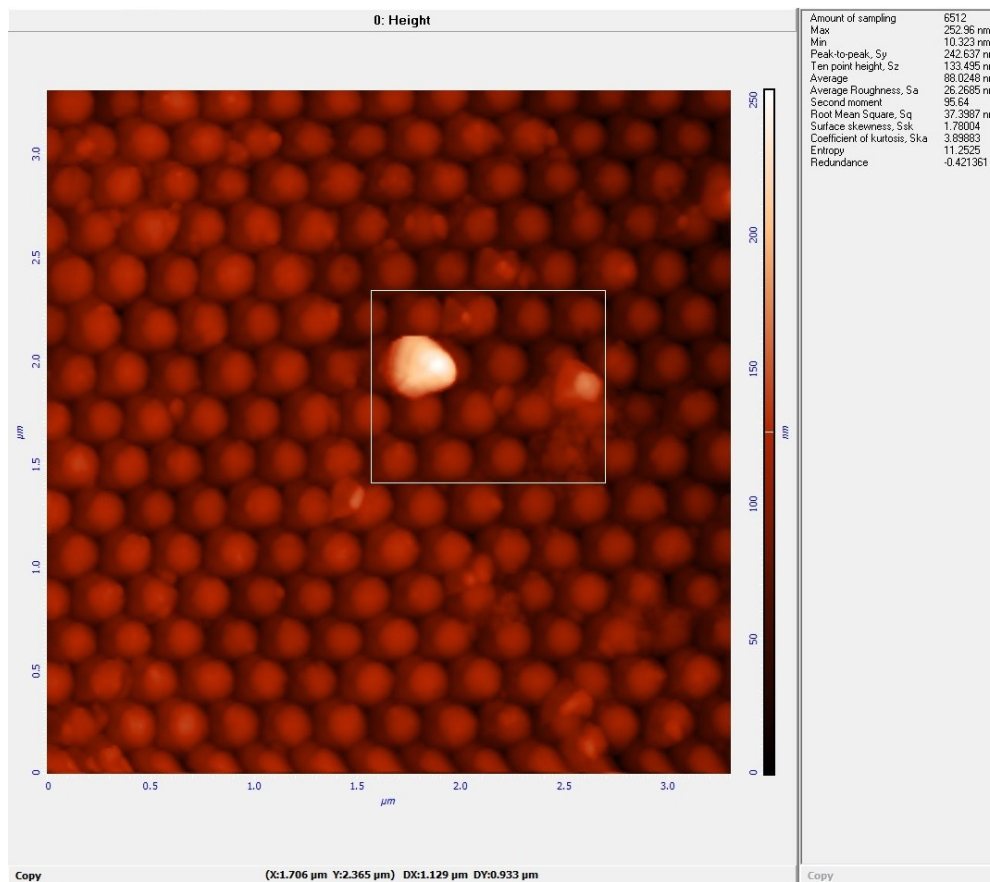


Рис. 8. Измерение параметров шероховатости в зоне с ярко выраженным дефектом

Исследования будут продолжены в лаборатории «Нанометрологии и перспективных методов измерений» кафедры «Метрология и взаимозаменяемость» МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Авторы выражают благодарность доценту кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана Панфиловой Е.В. за предоставление образца для исследований.

Список литературы

1. М.К. Lee, Е.В. Чарная, С. Tien, М.И. Самойлович, L.J. Chang, В.М. Микушев Магнитные свойства ряда нанокompозитов на основе опаловых матриц // Физика твердого тела, 2013, том 55, вып. 3 С. 572-576.
2. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Нижний Новгород. 2004. 114 с.
3. ISO 25178. Geometric Product Specification – Surface texture: areal 2010.