

НОВЕЙШИЕ РАЗРАБОТКИ В ОБЛАСТИ ПРИБОРОСТРОЕНИЯ ДЛЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ

С 1989 года группа компаний НТ-МДТ осуществляет разработку и производство исследовательского оборудования, которое применяется во всех сферах использования нанотехнологий: в образовании, науке и промышленности. Для достижения этой цели НТ-МДТ опирается на передовые разработки лучших научных коллективов России и собственные НИОКР, сохраняя экстремально высокие темпы разработок.

Принципиальным направлением развития оборудования для нанотехнологий НТ-МДТ считает расширение возможностей и функциональности приборов за счет углубления их специализации и в то же время увеличение гибкости оборудования при изменении специализации. По этой причине общей характеристикой новейших разработок НТ-МДТ является комбинация атомно-силовой микроскопии (АСМ) с другими современными методами исследования, что позволяет получать детальную и разностороннюю информацию об изучаемом объекте.

КОМБИНАЦИЯ АСМ И ПЬЕЗОКВАРЦЕВЫХ МИКРОВЕСОВ

Система сочетает в себе возможности АСМ и пьезокварцевых микровесов с контролем диссипации энергии (ПКМ-Д).

ПКМ-Д (рис. 1) – это сверхчувствительный прибор для определения изменений массы и структурных свойств образца. При этом измерения могут проводиться без использования маркеров и в режиме реального времени.

Принцип действия ПКМ-Д основан на анализе изменения частоты и добротности колебаний кварцевого резонатора, по-

перечные колебания которого возбуждаются переменным напряжением, приложенным к двум нанесенным на кварцевую пластину электродам. Частота основной гармоники колебаний составляет 5 МГц. Изменение резонансной частоты колебаний отвечает изменениям исследуемой массы. Изменение добротности колебаний означает изменение вязкоупругих свойств материала на поверхности.

Уникальность новой системы состоит в том, что прибор ПКМ-Д можно использовать и отдельно, и как дополнительный совместимый с АСМ модуль. За счет возможности возбуждать колебания в резонаторе на высших гармониках и измерять добротность колебаний прибор позволяет получать достаточно полную и точную информацию о массе, толщине и вязкоупругих характеристиках образца.

Следует отметить, что комбинация ПКМ-Д и АСМ (рис.2) позволила создать инструмент для одновременного исследования с нанометровым разрешением локальных свойств по-



Рис.1 Пьезокварцевые микровесы и пластины кварца

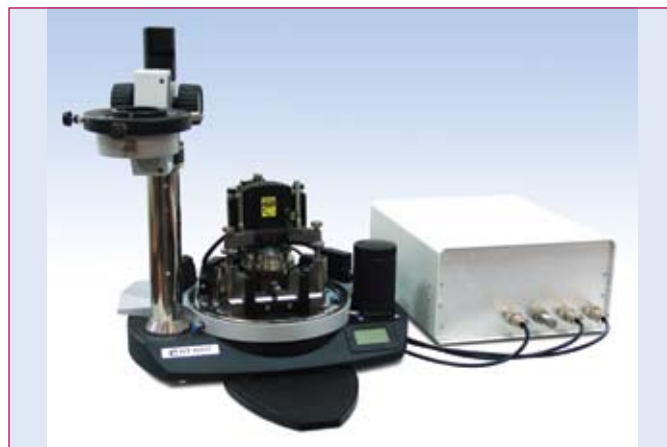


Рис.2 Комбинированная система зондовая нанолaborатория ИНТЕГРА Прима и ПКМ-Д



Рис.3 а) Изображение выбранного для эксперимента участка поверхности, полученное с помощью оптического микроскопа (размер поля 350x350 мкм); б) АСМ-изображение выбранного для эксперимента участка поверхности (размер скана 10x10 мкм); в) АСМ-изображение того же участка (размер изображения 3,5x3,5 мкм)

верхности, вязкоупругих параметров и массы образца (с точностью до 0,3 нг).

Благодаря новому инструменту возможности ПКМ-Д могут быть существенно расширены за счет использования всего арсенала АСМ-методик. В частности, модульная конструкция ПКМ-Д позволяет осуществить его интеграцию с приборами платформ ИНТЕГРА и СОЛВЕР.

Система ПКМ-Д и АСМ в состоянии решать широкий спектр задач при следующих комплексных исследованиях:

- изменение массы с чувствительностью до 0,3 нг;
- изучение вязкоупругих свойств тонких пленок;
- изучение процессов сорбции/десорбции сенсорных материалов;
- изучение динамики биоповерхностей;
- изучение вязкости и плотности жидкости;
- изучение трибологических свойств материалов;
- изучение самоорганизующихся слоев.

Для наглядности работы системы проведен модельный эксперимент¹, демонстрирующий работоспособность приборов на примере исследования процесса взаимодействия с аммиаком бромкрезолового пурпурного – широко известного индикатора на пары аммиака. Для повышения площади поверхности индикатора и удобства регистрации изменения рельефа поверхности в растворе бромкрезолового пурпурного были диспергированы наночастицы диоксида гафния². Полученная коллоидная система нанесена на золотую поверхность электрода кварцевого резонатора и высушена. В результате на поверхности образовались островные агломераты размером от 500 до 150 нм, состоящие из кластеров 20–80 нм.

С помощью оптического микроскопа был выбран подходящий участок (рис.3).

Кварцевый резонатор с подготовленным образцом помещался в проточную газовую ячейку.

При подаче смеси аммиака и азота пленка бромкрезолового пурпурного поглощает аммиак, что подтверждается уве-

¹ Модельный эксперимент предложен и проведен в секторе физико-химии сенсорных материалов лаборатории энергоемких веществ и материалов ИОНХ РАН д.х.н. В.Г. Севастьяновым и аспирантами В.С. Поповым, А.В. Шелаевым.

² Рассмотренные нанокристаллы используются в качестве матрицы для чувствительных элементов газовых сенсоров, поскольку обладают разветвленной структурой и повышенной способностью к поглощению газов.

личением массы резонатора. (рис.4, 5). После перекрытия доступа аммиака система продувается чистым азотом. При этом происходит десорбция, что подтверждается увеличением резонансной частоты, соответствующим уменьшению массы покрытия резонатора. При этом, как видно на графике, часть аммиака сорбируется необратимо.

На графиках (см. рис.4, 5) отображены зависимости изменения частоты колебания кварцевого резонатора и изменения массы вещества от времени (масса вещества вычислена по модели Саурбрея).

Приведенный эксперимент демонстрирует возможности исследовательского комплекса – "атомно-силовой микроскоп – пьезокварцевые микровесы". Интеграция АСМ и ПКМ-Д позволяет производить одновременную регистрацию как изменения структуры поверхности образца, так и коррелирующего с ним изменения интегральной массы сорбированного газа анализата.

КОМБИНАЦИЯ АСМ И РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

Еще одна инновационная разработка – совместный проект НТ-МДТ и ООО "Института физической оптики" – комбинация АСМ и модуля рентгенофлуоресцентного анализа (микро-РФА). В этой системе возможности АСМ расширены за счет опций идентификации химических элементов.

РФА – один из современных спектрометрических методов исследования вещества с целью определения его элементно-

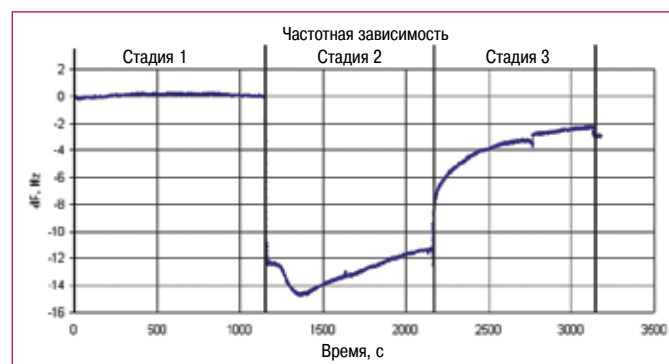


Рис.4 Изменение частоты кварцевого резонатора в процессе эксперимента

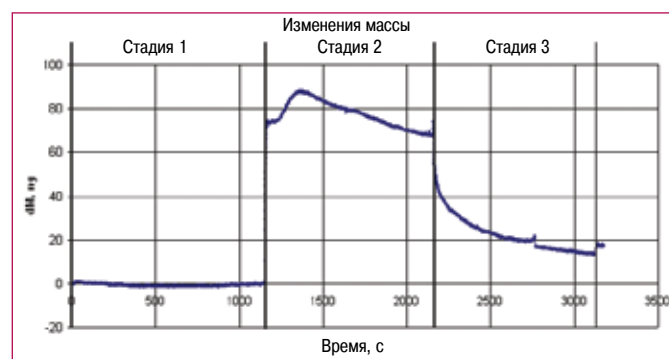


Рис.5 Изменение массы в процессе эксперимента



Рис.6 Комбинация зондовой нанолaborатории ИНТЕГРА и модуля рентгеновского спектрометра μ XRF

го состава. Метод основан на сборе и последующем анализе спектра, полученного посредством воздействия на исследуемый материал рентгеновским излучением.

Направления использования РФА:

- идентификация материалов;
- определение дефектов в элементах микроэлектроники;
- nanoиндустрия;
- входной и выходной контроль качества материалов;
- криминалистика и судебная медицина;
- геология, черная и цветная металлургия;
- ювелирное и горное производство;
- исследование лакокрасочных покрытий;
- археология, реставрационные работы;
- экология.

Интегрированная система (рис.6) помимо АСМ включает в себя малогабаритный высоковольтный блок питания с рентгеновской трубкой, цифровой многоканальный процессор с автоматической обработкой сигнала и учетом "мертвого" времени и полупроводниковый SDD-детектор. При этом модуль μ XRF способен работать с любой АСМ-системой.

Комбинированная система НТ-МДТ для химического анализа элементов обладает уникальными особенностями, обеспечивающими ее преимущества перед аналогами.

Первым и главным является системный подход, в результате которого в одном приборе объединены два метода исследова-



Рис.7 Модуль рентгеновского спектрометра μ XRF

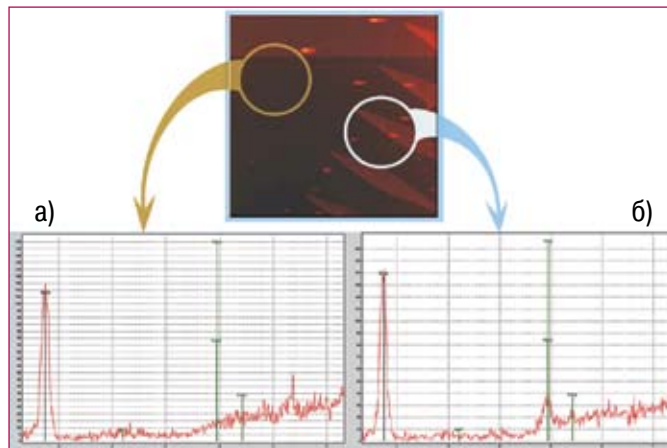


Рис.8 Сверху – топография поверхности калибровочной решетки для СНОМ (размер скана 40x40 мкм). Внизу – спектры рентгеновского излучения, полученные с обозначенных на скане областей. Круги на сканах обозначают размер пятна рентгеновского излучения (~15 мкм): а) спектр, полученный с кварцевой подложки решетки, б) спектр, полученный с участка с напылением ванадия

ования: АСМ и микроРФА, что позволяет получать топографию поверхности и проводить с высоким пространственным разрешением исследования элементного состава той же области образца.

Во-вторых, для достижения максимально большого угла захвата в конструкции модуля РФА линзы Кумахова используется оптика, которая основана на принципе многократного внешнего отражения от поверхностей, направленных к источнику. Поверхности изготовлены таким образом, чтобы обеспечить наибольшее возможное число отражений рентгеновских и нейтронных лучей, при этом угол падения не должен превышать некоего критического значения. Многочисленные отражения позволяют поворачивать пучок на значительный суммарный угол порядка нескольких градусов.

Это означает, что любой рентгеновский луч, попадая внутрь пустой гладкой трубки, например, из стекла, при угле, меньшем критического, будет многократно отражаться от ее внутренних поверхностей, создавая на конце трубки "виртуальный" рентгеновский источник. Это означает также, что, направляя рентгеновское излучение через специальную систему капилляров, можно сфокусировать рентгеновский пучок в фокусное пятно разного размера. Благодаря использованию этой запатентованной технологии фокусировки лучей специалистам ООО "Институт физической оптики" удалось добиться получения спектров из очень малого пятна (до 15 мкм).

Третье преимущество системы обеспечивается особенностями источника. Используемый в модуле μ XRF (рис.7) источник рентгеновского излучения – маломощный, но высоко яркий, при этом портативен и легок. Благодаря повышенной безопасности источника для работы с ним не требуются лицензия, учёт и контроль СЭС, что для российских пользователей оборудования является существенным фактором, значительно упрощающим работу с прибором.

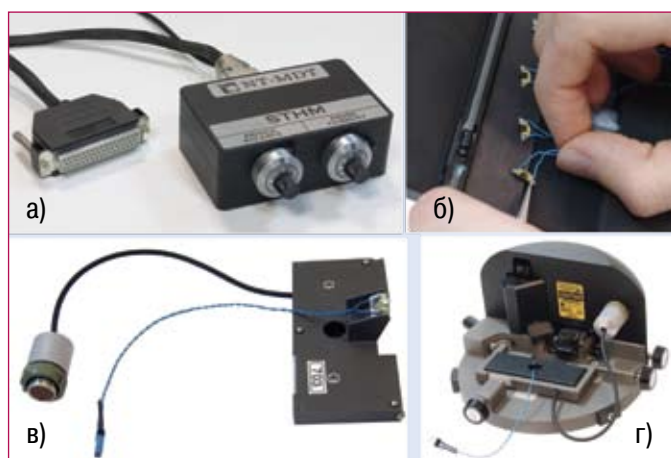


Рис.9 Комплектация СТерМ системы: а) электронный контроллер; б) комплект СТерМ зондов; в) держатель кантилевера; г) головка АСМ

Для демонстрации работы модуля микроРФА была использована калибровочная решетка CHOM (SNG01), представляющая собой регулярную структуру тонкой пленки ванадия толщиной в 10 нм, нанесенную на кварцевую подложку. После АСМ-сканирования образца получена топография объекта, на которой явственно видны принципиально отличающиеся друг от друга области. Ромбовидные структуры (рис.8) справа – это участки с напылением пленки ванадия, а слева на скане видна область чистого кварца. С этих двух

областей с помощью модуля μ XRF были сняты рентгеновские спектры.

На левом спектре (см. рис.8) наблюдается единственный характеристический пик кремния и отсутствие пика ванадия (зеленая отметка), что соответствует однородной топографии участка. Характеристический пик ванадия (зеленая отметка) отчетливо виден на правом спектре, снятом с области, на которой присутствует напыление ванадия. Условия съемки спектра: 15 кВ, 200 мкА, размер пятна на образце ~ 15 мкм.

МОДУЛЬ ДЛЯ РАБОТЫ В РЕЖИМЕ СКАНИРУЮЩЕЙ ТЕРМАЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ

Продолжая тему комплексных исследований образцов, НТ-МДТ разработала модуль для работы в режиме сканирующей термальной микроскопии (СТерМ), предназначенной для одновременного получения изображений термальных свойств и топографии поверхности наноразмерных объектов. Модуль СТерМ может быть использован вместе с любым АСМ-прибором НТ-МДТ.

Метод СТерМ используется в следующих областях:

- обнаружение локальных дефектов в электронике;
- распознавание участков с аморфной и кристаллической структурой;
- измерение распределения температуры на поверхности

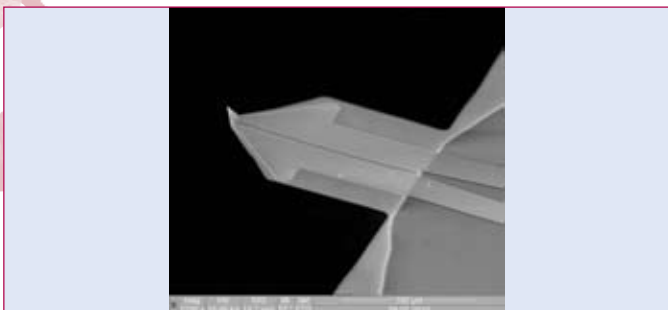


Рис.10 РЭМ-изображение СТерМ зонда



Рис.12 ИНТЕГРА Лайф – объединение СЗМ с инвертированным оптическим микроскопом

активных элементов (электрические схемы, магнитные записывающие головки, лазерные диоды);

- получение термальных характеристик композитных материалов;
- построение зависимости теплопроводности от температуры;
- отображение термальной неоднородности поверхности микрообъектов;
- измерение температурных градиентов на тонких пленках и многослойных образцах;
- выявление различия кристаллических структур в образце;
- определение особенностей на границе раздела двух твердых фаз.

Созданный НТ-МДТ модуль СТерМ (рис.9) позволяет визуализировать распределение температуры и теплопроводности на поверхности образца.

Для работы в режиме СТерМ необходимо использование специальных зондов с резистором на кантилевере (рис.10). Для этих целей СТерМ-кантилеверы изготавливаются из оксида кремния (SiO_2): на зонд проводящий слой наносится так, что основную роль при сканировании играет часть слоя, находящаяся на острие. Изменения температуры на острие зонда влияют на величину сопротивления, отслеживая которое система регистрирует локальную температуру или теплопроводность образца. Благодаря высокой чувствительности и низкому уровню шума выходного напряжения СТерМ-система НТ-МДТ обеспечивает высокое разрешение сигнала.

СТерМ-зонды НТ-МДТ обеспечивают латеральное разрешение отображения топографии и теплопроводности, превышающее 100 нм (рис.11).

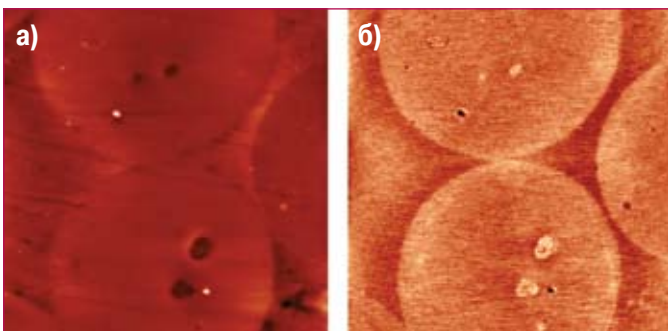


Рис.11 Образец: оптоволокно в эпоксидной смоле (размер изображения 6x6 мкм): а) топография поверхности; б) теплопроводность

ЗОНДОВАЯ НАНОЛАБОРАТОРИЯ ИНТЕГРА ЛАЙФ – РАБОТА С ЖИВЫМИ ОБЪЕКТАМИ

В настоящее время сфера биомедицины, в частности, медицинская диагностика, требует серьезных инновационных вложений. Именно развитием потребностей этой сферы и продиктовано создание специализированного прибора ИНТЕГРА Лайф (рис.12).

Эта модель линейки ИНТЕГРА включает в себя адаптированный для медико-биологического рынка автоматизированный сканирующий зондовый микроскоп в комбинации с различными типами оптических микроскопов (с конденсором NA 0.55) и опции лазерных пинцетов с управляемым оптическим фронтом. Широкий выбор жидкостных ячеек – специализированных камер, обеспечивающих различные режимы работы в жидкой среде, дополняется значительными возможностями интеграции широкого спектра методических подходов (конфокальная, ближнепольная оптическая микроскопия/спектроскопия и др.). Предполагается существенное усиление диагностических функций платформы с включением в нее опций масс-спектрометрии.

СЗМ СОЛВЕР ПАЙП

НТ-МДТ разрабатывает и производит оборудование не только для научных исследований, но и для промышленных применений. Нанотехнологическое оборудование для промышленных нужд позволяет оптимизировать процессы контроля технологий, выявления дефектов, менеджмента качества, что в свою очередь, существенно влияет на повышение эффективности процесса производства в целом.

Масштабные объекты, с которыми имеет дело промышленность (магистральи тепло- и электростанций, путепроводы, га-



Рис.13 СОЛВЕР Пайп – СЗМ для обнаружения наноразмерных дефектов нестандартных объектов

ПРЕДСТАВЛЕННЫЙ ТЕРМИНОЛОГИЧЕСКИЙ СЛОВАРЬ ПОД РЕДАКЦИЕЙ М.В.КОВАЛЬЧУКА И П.А.ТОДУА СОДЕРЖИТ СЛЕДУЮЩИЕ РАЗДЕЛЫ:

основные понятия/основные физические, химические и биологические явления и понятия в нанотехнологиях/ объекты нанотехнологий/ основные процессы в нанотехнологиях/методы и средства исследования нанообъектов/метрология, стандартизация и сертификация/ информатика, электроника, квантовые компьютеры/ указатель терминов на русском языке/указатель терминов на английском языке/международные, региональные и зарубежные национальные организации в области стандартизации, метрологии и сертификации, научные общества и организации/список распространенных англоязычных сокращений.



Словарь предназначен для научных сотрудников, инженеров, аспирантов, студентов, специализирующихся в различных областях нанотехнологий и их метрологического обеспечения и стандартизации.

НИЦПВ

Научно-исследовательский центр
по изучению свойств поверхности и вакуума

119421, Россия, Москва, ул.Новаторов, д.40, корп.1
Тел.: +7 (495) 935-9777, тел./факс: +7 (495) 935-5911
E-mail: fgupnicpv@mail.ru, www.nicpv.ru

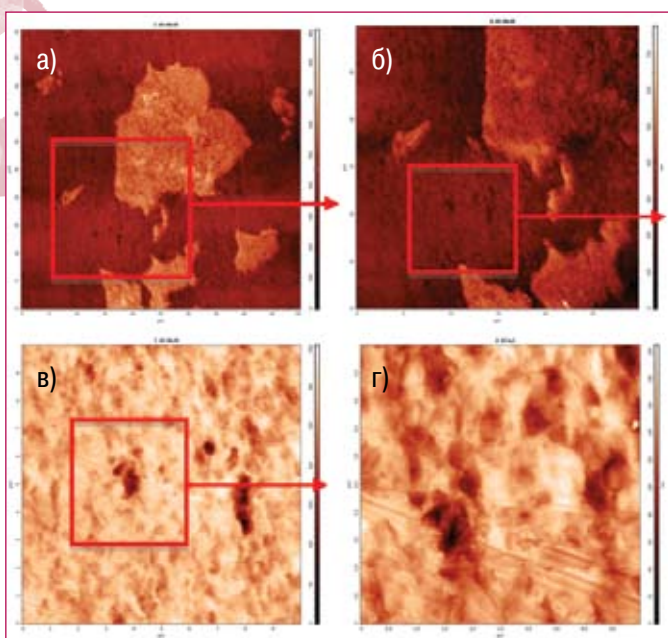


Рис. 1.4 Рельеф поверхности образца (трубы), материал – сталь. После механической обработки для исследования стал доступен один из дефектов поверхности. Размер скана (в мкм): а) 50x50, б) 30x30, в) 10x10, г) 5x5 мкм

зо- и нефтепроводы, стены зданий и сооружений) неизбежно подвержены износу. Своевременная диагностика дефектов материала позволит минимизировать затраты на экстренный капитальный ремонт и замену конструкций.

СОЛВЕР Пайп (рис.13) представляет собой сканирующий зондовый микроскоп для исследования возникающих дефектов на наноуровне и неразрушающего контроля материалов нестандартных образцов.

СОЛВЕР Пайп способен детектировать дефекты при следующих основных видах износа:

- механическое (усталостное, абразивное, смятие, кавитационное, эрозийное);
- молекулярно-механическое (адгезионное, избирательный перенос, водородное);
- коррозионно-механическое (окислительное, химическое, электрохимическое, фреттинг-коррозия);
- термо-механическое (усталостное, термомеханическое трещинно-образование);
- другие.

В стенках труб или несущих конструкций вследствие их длительного использования, резких перепадов температуры (внутри и снаружи), а также вышеназванных воздействий образуются точечные дефекты, создающие пустоты и трещины, в дальнейшем перемещающиеся в материале в направлении поверхности.

Суть исследования подобных объектов сводится к поиску и изучению уже проявившихся на поверхности, но еще непромигрировавших и необъединившихся между собой дефектов. Подобный поиск осуществляется в районе начала образования уже имеющейся трещины (рис.14). Глубина трещины состав-

ляет обычно от 10 до 100 нм. Вокруг ее "изголовья" проявляются дефекты, которые еще не промигрировали к уже имеющейся трещине. Их положение, состояние и свойства необходимо исследовать. В каждом случае следует установить, как скоро "новые" дефекты примкнут к уже имеющейся трещине, тем самым увеличив ее длину, а, следовательно, ухудшив качество трубы или конструкции.

В отличие от существующих методов использование АСМ позволяет обнаружить и исследовать дефекты на ранних стадиях их формирования. Благодаря этому появляется возможность «предупреждающего» неразрушающего контроля состояния труб передающих магистралей и различного рода несущих конструкций сооружений. Как следствие после получения достаточного количества данных и формирования их в статистическую базу можно осуществить довольно точное прогнозирование сроков эксплуатации используемых материалов.

Прибор СОЛВЕР Пайп реализован в виде платформы. Преимущества подобной конструкции:

- Прибор легко фиксируется на образце в нужном положении (сверху, сбоку, снизу) посредством ремней, при этом конструкция обеспечивает однозначность положения прибора на объекте.
- Жесткость конструкции предоставляет возможность проводить высокоточные измерения при достаточно крупной механической петле.
- Обеспечивается нужный диапазон позиционирования при минимизации люфтов перемещения.

В целом следует подчеркнуть, что ассортимент продукции группы компаний НТ-МДТ включает в себя четыре приборные линейки, а также широкий выбор аксессуаров и расходных материалов для создания научного оборудования, применимого во всех областях нанотехнологий: образование, наука, производство.

Как системный бизнес-интегратор компания объединяет вокруг себя исследовательские проекты с участием большого числа предприятий, сотрудничает с ведущими институтами Российской академии наук, РНЦ "Курчатовский институт" и другими, а также с крупными мировыми производителями компонентов и комплектующих.

НТ-МДТ активно ведет собственную деятельность в области НИОКР, поддерживая экстремально высокие темпы разработок. Каждый год продукция НТ-МДТ представляется более чем на 120 тематических выставках. К настоящему времени компанией успешно реализовано более 2000 приборов, многие из которых работают в крупнейших научных и промышленных центрах Европы, Азии и Северной Америки. Представительства НТ-МДТ функционируют в России, Нидерландах, Ирландии, США, Китае, а сертифицированные дистрибьюторы группы компаний работают в 39 странах мира.

