

PACS numbers: 07.79.Cz, 68.35.Ct, 68.37.Ef, 81.40.Pq, 81.65.Ps, 81.30.Tx

Исследование стекла системы $\text{Ag}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3$ методом сканирующей туннельной микроскопии с полупроводниковым алмазным остриём

М. А. Цысарь

*Институт сверхтвёрдых материалов им. В. М. Бакуля НАН Украины,
ул. Автозаводская, 2,
04074 Киев, Украина*

Представлены исследования стекла системы $\text{Ag}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3$. Было установлено, что можно использовать сканирующий туннельный микроскоп для исследования качества обработки поверхности. Также был рассмотрен случай перепада высот при переходе от материала стекла к материалу вставки Ni.

Наведено дослідження скла системи $\text{Ag}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3$. Показано, що можливо використовувати сканувальний тунельний мікроскоп для дослідження якості оброблення поверхні. Також розглянуто випадок перепаду висот при переході від матеріалу скла до матеріалу вставки Ni.

Investigation of $\text{Ag}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3$ glass is presented. As established, the method of scanning tunnelling microscopy can be used to determine a surface quality. A case of step on boundary between glass and Ni interlayer is also considered.

Ключевые слова: сканирующая туннельная микроскопия, дефектность, свили, боратное стекло, полупроводниковый алмаз.

(Получено 18 октября 2010 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Нанозондовые технологии нашли широкое применение в различных областях исследования свойств материалов. Применение этих методов для оценки качества поверхности изделий, предназначенных для оптических приборов, является весьма актуальной темой. Поскольку стекло является прозрачным, поэтому исследование качества поверхности оптическими методами даёт лишь косвенные

характеристики. В некоторых случаях контроль осуществляется для уже готовых конструкций. Так контроль качества микрообъективов использует метод оценки структуры дифракционного изображения светящейся точки [1].

Для деталей из бесцветного оптического стекла выдвигаются следующие требования к готовым изделиям [2]: категория и класс по показателю преломления и средней дисперсии; категория по оптической однородности; категория по двойному лучепреломлению; категория по показателю ослабления; категория и класс бессвильности; категория и класс по наличию пузырьков; категория по радиационно-оптической устойчивости.

Некоторые из нормируемых показателей качества влияют не только на оптические характеристики системы, но и на точность конструктивных параметров. Например, области свилей, отличающиеся от основной массы стекла химическим составом, а, следовательно, оптическими и механическими свойствами, вызывают как деформацию волнового фронта излучения, прошедшего или отражённого, так и дефекты формы поверхности в тех участках, где они выходят наружу. Остаточные напряжения, которые характеризуются двойным лучепреломлением, также деформируют волновой фронт. Также перераспределение их при изменении толщины стекла в процессе механической обработки детали приводит к её деформации. Наличие пузырьков в стекле есть не только дефектом чистоты полированной поверхности, но и причиной местных искривлений, которые образуются вокруг вскрытых пузырей в результате их полировки. Поэтому решение задачи выглаживания рельефа поверхности и удаления поверхностных дефектов является весьма актуальным.

Однако поскольку стекло принято считать диэлектриком, поэтому для оценки шероховатости и бездефектности поверхности оптических изделий в ряде работ используется сканирующий силовой микроскоп [3]. Однако стекло системы $Me_2O-B_2O_3$, где Me — это металл (Li, Na, K, Rb, Cs, Ag и Tl), имеет следующие свойства. Согласно [4], в щелочно-боратном стекле носителями тока во всем диапазоне концентрации Me_2O являются только ионы щелочных металлов. О природе носителей тока в бесщелочном боратном стекле отсутствует единое мнение. Предполагается, что носителями тока являются примесные щелочные ионы, или электроны, или ионы щелочноземельных металлов [5]. Наличие проводимости в стекле позволяет использовать сканирующую туннельную микроскопию.

Какие же именно преимущества нам даёт использование сканирующего туннельного микроскопа (СТМ). Напомним, что формирование изображения в СТМ осуществляется двумя способами [6]. Первый способ постоянной высоты, когда острие проходит над поверхностью с постоянной высотой, тогда изображение формируется

за счёт записи изменения величины туннельного тока. И второй метод постоянного туннельного тока, когда изображение формируется за счёт фиксации напряжения обратной связи. Таким образом, СТМ представляет собой электромеханическую систему с отрицательной обратной связью.

Величина туннельного тока для СТМ зависит от следующих величин: экспоненциальная зависимость тока от расстояния, от уровня Ферми острия и исследуемого материала и работы выхода электрона, что, в свою очередь, зависит от однородности по химическому составу, как острия, так и исследуемого материала. Следует заметить, что острие имеет однородную структуру с устоявшимся уровнем Ферми; следовательно, используя СТМ для однородных материалов, мы получаем топограмму поверхности, а для неоднородного материала карту изменения однородности по химическому составу, которая будет по экспоненциальному закону влиять на величину туннельного тока. Принимая это во внимание, мы можем сделать следующий вывод: СТМ позволит выявить не только параметры шероховатости и дефектности поверхности, но и свили.

2. ЭКСПЕРИМЕНТ

Специально для этого эксперимента был изготовлен образец, который представляет собой трёхсекционную призму длиной 20 мм, шириной 10 мм и высотой 5 мм. Две секции сделаны из стекла $\text{Ag}_2\text{O}-\text{V}_2\text{O}_5$, между ними прослойка Ni, толщина слоя 500 мкм. Концентрация Ag_2O составила 8%. Образец обрабатывался согласно требованиям, которые обусловлены техническим процессом изготовления светоделительных призм по ГОСТ 3514-76.

Эксперимент выполнялся на сканирующем туннельном микроскопе в Институте сверхтвёрдых материалов им. В. М. Бакуля НАН Украины. Данная модификация туннельного микроскопа отличается от аналогов тем, что оснащена алмазным остриём, из алмаза, легированного бором [7]. Разрешение туннельного микроскопа составляет 1 нм в направлениях, это идеально для осуществления поставленной перед нами задачи по исследованию поверхности стекла системы $\text{Ag}_2\text{O}-\text{V}_2\text{O}_5$.

Преимущества использования СТМ с алмазным остриём в данном случае не подлежат сомнению, поскольку при низкой проводимости образца весьма вероятен контакт с поверхностью, это может привести к поломке острия, а также к загрязнению поверхности остатками острия, что сделало бы экспериментальные данные недостоверными.

Использование алмазного острия, обладающего повышенной прочностью, даёт уверенность утверждать о достоверности полученных данных.

3. АНАЛИЗ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Целью эксперимента было набрать статистику и подтвердить или опровергнуть утверждение о близкой к атомарной гладкости поверхности, выявить дефекты поверхности на наноуровне, а также выявить места свилей. Также заказчика интересовали характеристики границы между призмами. Сканирование выполнялось в режиме постоянной высоты при таких параметрах: полярность «+», напряжение смещения 700 МВ, ток стабилизации 0,5 на время за-

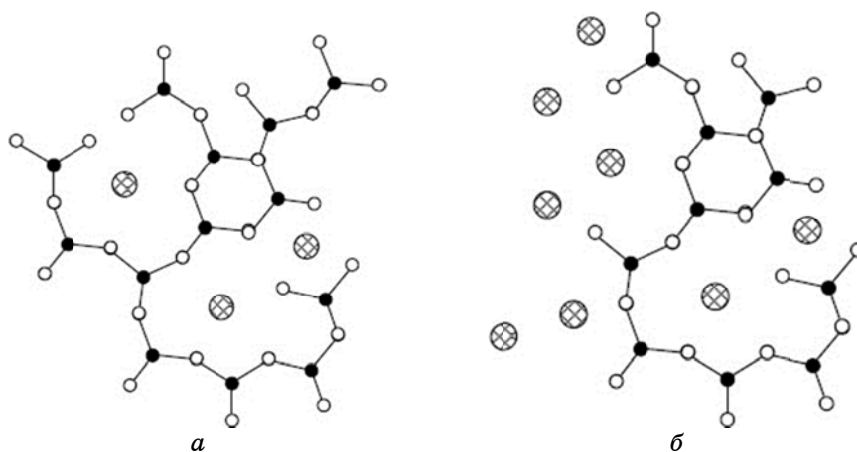


Рис. 1. Структура боратного двухкомпонентного стекла: *a* — однородного; *б* — с наличием свилей.

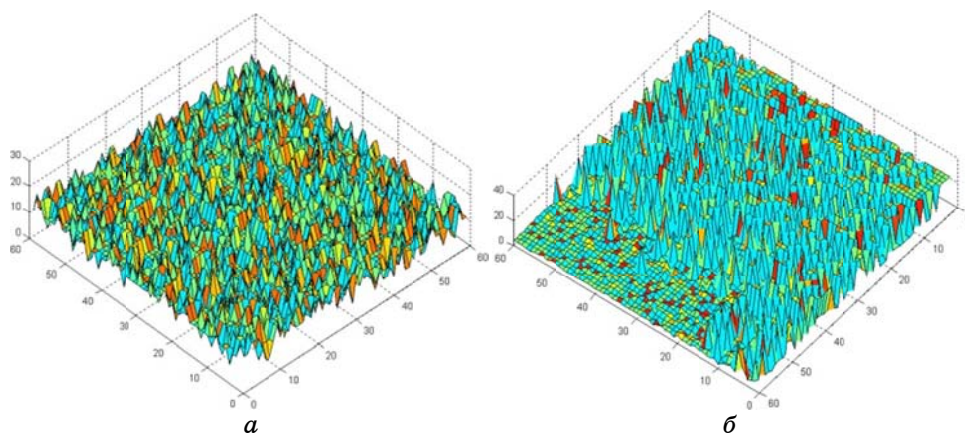


Рис. 2. СТМ-изображение поверхности боратного двухкомпонентного стекла $\text{Ag}_2\text{O}-\text{V}_2\text{O}_5$: *a* — однородная, размер кадра 60×60 нм; *б* — с наличием свилей, размер кадра 60×60 нм.

писи данных в одной точке 1 мс. Площадь сканирования меняли от 60×60 нм до 4080×4080 нм. Точки, в которых снимались экспериментальные данные, были разбросаны в произвольном порядке по всей поверхности образца. Чтобы набрать статистику, было выполнено по 5 серий из 10 экспериментов для каждой секции.

Следует заметить, что, по словам заказчика, готовые изделия будут эксплуатироваться в воздушной среде, поэтому для выполнения эксперимента возникает необходимость в создании специфической среды, аналогичной эксплуатационной.

Для анализа экспериментальных данных на основе работ [8–10], нами была разработана модель поверхностного слоя материала: рис. 1, *а* — бессвильная структура, характеризующая равномерное распределение примеси серебра, и структура, которая имеет свиль (рис. 1, *б*); неоднородность обусловлена концентрацией серебра на некоторых участках.

Экспериментальные данные подтверждают наличие свилей; результаты сканирования представлены на рис. 2. На рисунке 2, *а* изображена бессвильная поверхность, а уже на поверхности (рис. 2, *б*) мы можем увидеть наличие свилей, которые, согласно нашей модели, обусловлены концентрацией серебра на отдельных участках поверхности.

Достаточно интересные результаты были связаны с границей между стеклянной составляющей и пластиной никеля. Значительный перепад высот объясняется тем, что ток туннелирования, который напрямую зависит от работы вихря электрона [6] в чистом металле, даже при наличии функционального слоя будет намного больше. Это хорошо видно на СТМ-изображении (рис. 4).

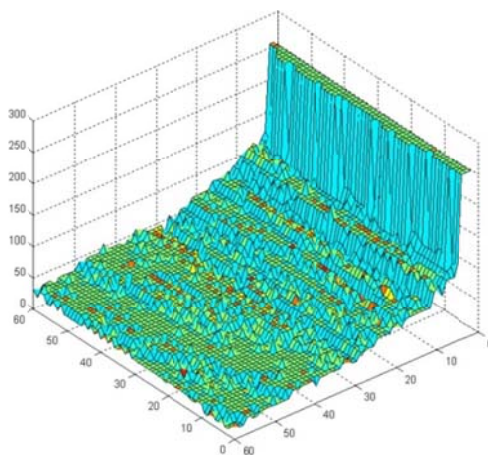


Рис. 3. СТМ-изображение границы перехода между щелочно-боратным стеклом и пластиной никеля, размер кадра 60×60 нм.

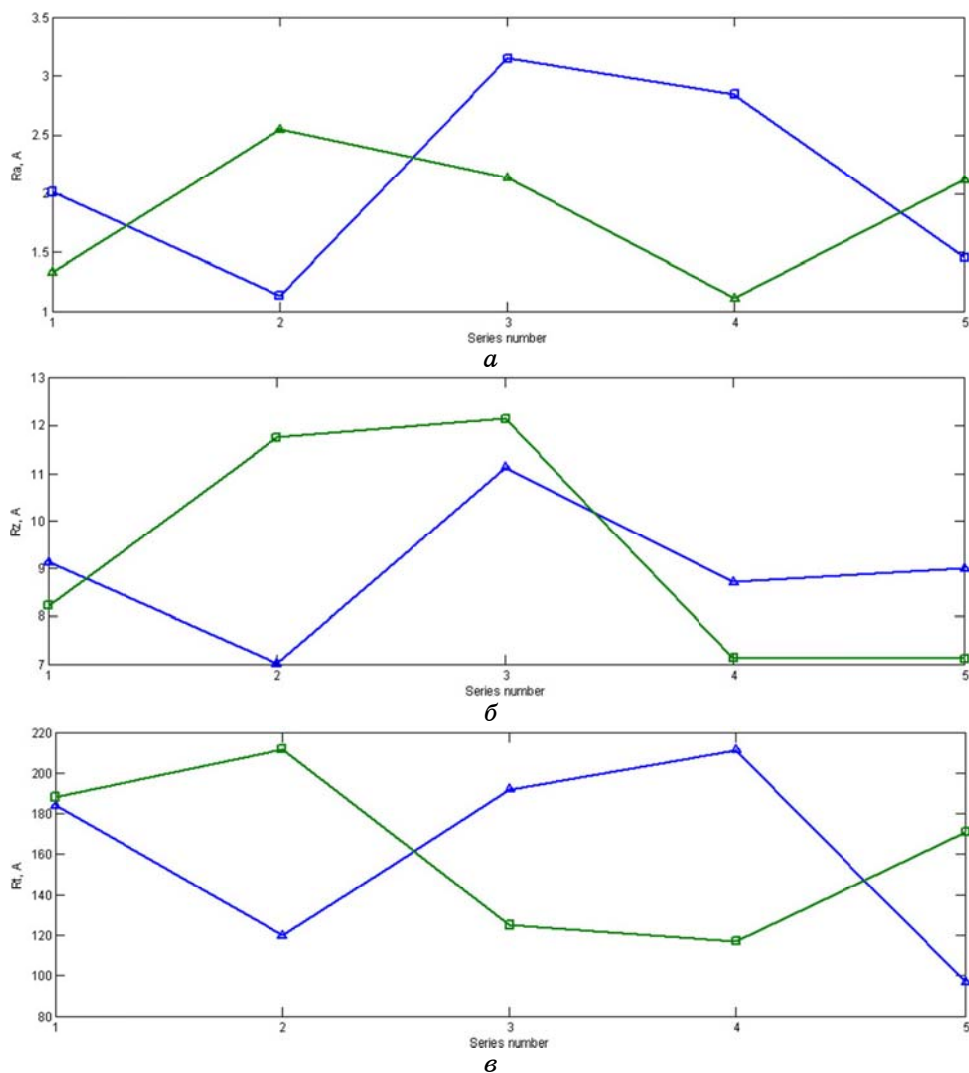


Рис. 4. *а* — графики средней арифметической шероховатости; *б* — графики средней шероховатости по десяти точкам; *в* — графики размаха высот. □ — поверхность щелочно-боратного стекла $\text{Ag}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3$; △ — поверхность прослойки никеля.

В качестве оценочных величин шероховатости были выбраны R_a , R_z , R_t . Результаты средних значений шероховатости для каждой серии приведены в виде диаграмм (рис. 4). Следует заметить, что при оценке шероховатости учитывались поправки, введённые согласно разработанной модели. Искривления, связанные с наличием свилей, просто исключались из расчётов, поскольку количество

сканов, на которых были свили, составило лишь 5% от общего количества экспериментов.

Также в расчёт не принимали эксперименты, связанные с пределом перехода между щелочно-боратным стеклом и слоем никеля, поскольку они не несут информацию о качестве обрабатываемой поверхности, а лишь показывают разницу в электронных состояниях поверхностей из разного материала.

4. ВЫВОДЫ

Результаты экспериментов исследований показали, что для поверхности $\text{Ag}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3$ избранные оценочные параметры шероховатости, а именно, R_a , R_z , R_t , изменяются в пределах нескольких нанометров, подтверждающие суждение об атомарной гладкости исходной поверхности. Выявлены участки, указывающие на наличие свилей, таким образом, СТМ-эксперимент является более информативным, чем аналогичный эксперимент на сканирующем силовом микроскопе. Экспериментально было обнаружено наличие перепада высот при переходе границы щелочно-боратного стекла и прослойки никеля, данное явление было объяснено с точки зрения принципа работы СТМ.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. А. М. Бурбаев, *Методы и средства испытаний, контроля и юстировки оптических приборов* (Санкт-Петербург: ИТМО: 2007).
2. А. М. Ефимов, *Оптические свойства материалов и механизмы их формирования* (Санкт-Петербург: ИТМО: 2008).
3. А. А. Малков, Е. А. Соснов, А. А. Малыгин и др., *Физика и химия стекла*, **32**, № 1: 100 (2006).
4. А. И. Соколов, И. В. Мурин, А. А. Пронкин, *Физика и химия стекла*, **32**, № 1: 90 (2006).
5. Н. Mamikava and Y. Asahara, *J. Amer. Assoc. Japan*, **74**, No. 6: 205 (1966).
6. В. Л. Миронов, *Основы сканирующей зондовой микроскопии* (Нижний Новгород: Институт физики микроструктур РАН: 2004).
7. O. G. Lysenko, N. V. Novikov, A. G. Gontar et al., *Journal of Superhard Materials*, **28**, No. 6: 9 (2006).
8. А. Вест, *Химия твёрдого тела. Теория и приложения* (Москва: Мир: 1988), ч. 2.
9. У. Джоли, *Синтез неорганических соединений* (Москва: Мир: 1986), т. 1.
10. В. Г. Цирельсон, П. М. Зоркий, Ю. З. Нозик и др., *Электронная кристаллохимия* (Москва: ВИНТИ: 1986).