

УДК 621.3.4:537.533.35

МЕТОД ОПЕРАТИВНОГО ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ НАНООБЪЕКТОВ В ПРОЦЕССЕ ВАКУУМНОГО СИНТЕЗА

© Д.В. Образцов, В.П. Шелохвостов, В.Н. Чернышов

Obraztsov D.V., Shelokhvostov V.P., Chernyshov V.N. Method of operative electronic microscopic control of parameters of nanoobjects during vacuum synthesis. Advantage of the given method is in its high efficiency in view of reception of object for electronic microscope directly in technological process of nanoobject synthesis.

В настоящее время в области нанотехнологий разрабатываются новые технологические процессы непрерывного синтеза наноматериалов, для которых возникает необходимость непрерывного или периодического контроля параметров.

Разработан метод оперативного электронномикроскопического контроля параметров углеродных нанобъектов в процессе вакуумного синтеза. Сущность метода заключается во введении держателя объекта (объект – кремневая пленка на медной сетке) в технологический процесс, синтезе углеродных нанобъектов на кремневой пленке, просмотре полученного объекта в электронном микроскопе (ЭМ) и на основе полученных результатов внесении корректировок в техпроцесс.

Проанализировали физико-технологические параметры процесса синтеза нанобъектов в вакууме и определили время, на которое нужно вводить свидетель в техпроцесс для подготовки объекта.

Разработали устройство ввода свидетеля (держатель объекта) в идущий процесс вакуумного синтеза нанобъектов.

Разработанным методом контролировали непрерывный процесс синтеза нанобъектов в вакууме.

В данном процессе углеродные нанобъекты формировали при совместном напылении на вращающуюся стеклянную подложку меди из резистивного испарителя и углерода из угольной дуги, с которого периодически снимали синтезированные продукты [1].

В качестве подложки объекта использовали пленку монооксида кремния толщиной 15–20 нм, нанесенную на поддерживающую медную сетку диаметром 3 мм с ячейками 200×200 мкм.

Общее время нахождения свидетеля $t_{общ}$ в технологическом процессе оценивается как сумма времени t_{Cu} и t_C под молекулярным пучком меди и углерода соответственно.

Необходимое время нахождения свидетеля в техпроцессе под каждым молекулярным пучком рассчитывали по уравнению (1).

$$t = (h_n / w_p) \cdot 60 \text{ (с)}, \quad (1)$$

где h_n – толщина пленки, мкм; w_p – скорость роста пленки, мкм/мин., рассчитывали по формуле (2)

$$w_p = 6 \cdot 10^5 j_K M / p^{TB}, \quad (2)$$

где p^{TB} – плотность конденсата, г/см³, M – молярная масса, j_K – плотность потока испаряемого вещества, моль/(см²·с), рассчитывалась по формуле (3)

$$j_K = \alpha_K \frac{j_H F_H}{\pi l^2} \cos \varphi_H \cos \varphi_K - \alpha'_H \frac{p^0(B)_{ж}}{(2\pi RT_H M_B)^{0.5}} \quad (3)$$

В уравнении (3) F_H – площадь поверхности испарителя, l – расстояние от испарителя до рассматриваемой n точки на поверхности подложки; φ_H и φ_K – углы между нормальными к поверхности источника и подложки соответственно и прямой, соединяющей источник с точкой n ; α_K и α'_H – коэффициент конденсации и коэффициент реиспарения с поверхности подложки соответственно; j_H – плотность потока моль/(см²·с) испаряющегося вещества, рассчитывается по уравнению (4)

$$j_H = 3,16 \cdot 10^{-3} \alpha_H \frac{p^0(B)_H}{(2\pi RT_H M_B)^{0.5}}. \quad (4)$$

Среднее время нахождения свидетеля в технологическом процессе составляет 45 с (время нахождения объекта под молекулярным пучком меди и углерода 15 и 30 с соответственно).

В работе [2] приведена разработанная автоматизированная система управления процессом синтеза нанобъектов в вакууме. На базе созданной автоматизированной системы проводили эксперименты по периодическому контролю процесса вакуумного синтеза нанобъектов. Задавая параметры технологического процесса, в компьютерной программе по уравнению (1) рассчитывалось время нахождения под пучком меди и углерода. По программе автоматически свидетель подвигался на рассчитанное время сначала под молекулярный пучок меди, а затем под пучок углерода. Полное время подготовки объекта для ЭМ в среднем со-

ставляет 3 минуты (установка в держатель, введение в техпроцесс, выведение и извлечение из держателя).

После завершения расчетного времени подготовки объекта свидетель выводили из технологической зоны через вакуумный шлюз. Из держателя извлекали готовый объект, устанавливали полученный объект в ЭМ, проводили исследование. По результатам исследования вносили корректировку в режимы технологического процесса синтеза нанобъектов.

Проведены исследования с целью адаптация данного метода к плазменному синтезу нанобъектов [3].

Разработанный метод оперативного контроля обладает хорошей повторяемостью в связи с автоматизацией процесса подготовки объекта для ЭМ, возможно его использование в других технологических процессах синтеза нанобъектов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Образцов Д.В., Шелохвостов В.П.* Методика получения и исследование углеродных наноструктур с развитой поверхностью // «Качество науки – качество жизни»: сб. науч. ст. по материалам 3-й междунар. конф. 26–27 февр. 2007 г. / Тамб. гос. техн. ун-т. Тамбов, 2007. С. 125–126.
2. *Образцов Д.В.* Разработка метода оперативного электронномикроскопического контроля параметров нанобъектов в процессе электродугового синтеза // Наука и устойчивое развитие общества. Наследие В.И.Вернадского: тез. докл. Второй междунар. научн.-практ. конф. Тамбов, 2007.
3. *Образцов Д.В., Платенкин А.В., Шелохвостов Р.В., Баршутин С.Н.* Синтез оксид-марганцевых нанобъектов в низкотемпературной плазме // Вопр. современной науки и практики. 2007. № 2 (8). С. 187–192.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 07-08-00584-а.

Поступила в редакцию 2 октября 2007 г.