

УДК 667.64:678.026
PACS number(s): 61.72.-y

ДОСЛІДЖЕННЯ ОСОБЛИВОСТЕЙ ПОВЕРХНІ МОНОКРИСТАЛІВ МОЛІБДЕНУ РІЗНОЇ ОРІЄНТАЦІЇ МЕТОДОМ СКАНІВНОЇ ТУНЕЛЬНОЇ МІКОСКОПІЇ З НАПІВПРОВІДНИКОВИМ АЛМАЗНИМ ВІСТРЯМ

М. Цисар

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М.Бакуля НАН України
бул. Автозаводська, 2, 04074 Київ, Україна
e-mail: Ts_maxim@ukr.net*

Наведено дослідження монокристалів молібдену різної орієнтації $\langle 111 \rangle$ та $\langle 110 \rangle$. Було з'ясовано, що вони мають різну топологію поверхні. Кристали з орієнтацією $\langle 110 \rangle$ мають меншу шорсткість поверхні, та меншу кількість дефектів на поверхні.

Ключові слова: сканівна тунельна мікроскопія (СТМ), функціональний шар, напівпровідниковий алмаз.

Молібден є універсальним матеріалом, який широко застосовують. З нього виготовляють сотві панелі космічних літальних апаратів, теплообмінники, оболонки ракет та капсул, котрі повертаються на землю, теплові екрани, обшивка з кромок крил та стабілізатори надзвукових літаків. Деякі деталі прямоочних ракет та турбулентних двигунів працюють у дуже складних умовах. При цьому матеріал повинен мати не тільки високий опір окиснення і газової ерозії, а і високу довготривалу міцність та опір удару. За температур нижче 1370°C для виготовлення деталей такого типу використовують молібден і його сплави.

Молібден – перспективний матеріал для устаткування, що працює в середовищі сірчаної, соляної і фосфорної кислот. З огляду на високу стійкість молібдену в розплавленому склі його широко використовують в скляній промисловості, зокрема для виготовлення електродів для плавлення скла. Сьогодні з молібденових сплавів виготовляють прес-форми і стержні машин для литва під тиском алюмінієвих, цинкових і мідних сплавів. Висока міцність і твердість сплавів молібдену за підвищених температур зумовили їх вживання як інструмент при гарячій обробці сталей і сплавів тиском.

У низці прикладних завдань, наприклад, таких, як оптична діагностика в термоядерних реакторах та виготовлення оптичних систем, розрахованих на тривалу експлуатацію в космосі, ставлять підвищені вимоги до стійкості дзеркал до фізичного розпилення потоком високоенергетичних часток у вакуумі за наявності радіаційного фону. Як оптичні елементи в таких умовах, зазвичай, використовуються металеві дзеркала. Одним із перспективних матеріалів, відповідних до цих вимог, є молібден [1–3]. Окрім фізичних властивостей матеріалу, з якого виготовлено дзеркало, великий

вплив на стійкість дзеркал до того, що розпиляло, надає його структура. Відомо, що найстійкішими є дзеркала, виконані з монокристалічних матеріалів [1]. За рахунок регулярної кристалічної ґратки при великій глибині того, що розпиляло, оптичні властивості таких дзеркал фактично не змінюються.

Спосіб отримання стійких до випромінення дзеркал є формування на полірованій підкладці покриття, що має структуру у вигляді щільно упакованих стовпчастих кристалітів з розміром, меншим від довжини хвилі випромінення, орієнтованих ортогонально до площини підкладки. Оскільки під час напилення такого дзеркала рельєф формується з характерним розміром дефектів, що відповідає поперечному розміру кристаліту. Оскільки орієнтація кристалографічних осей кристалітів однакова, їх розпилення відбувається рівномірно. Проте задля уникнення напруженого стану в такій плівці, та кращої адгезії, як поліровану підкладку краще використовувати поліровані пластини молібдену з заданою орієнтацією кристалітів.

У статті досліджено монокристали молібдену орієнтації $\langle 111 \rangle$ та $\langle 110 \rangle$, розглянутих як потенційна підкладка для молібденових дзеркал. Особливості топології поверхні, провідності та характерних дефектів на поверхні є базовими показниками зносостійкості, придатності використання в приладобудуванні, а також дуже важливими в нанотехнологічних дослідженнях механічних властивостей.

Експеримент проводили на сканувальному тунельному мікроскопі в Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля. Ця модифікація тунельного мікроскопа відрізняється від аналогів тим, що оснащена алмазним вістряем, з алмазу легованого бором [4]. Роздільна здатність тунельного мікроскопа становить 1 нм у напрямках x , y , z , це ідеально для здійснення поставленої перед нами завдання з дослідження поверхні монокристалів на нанорівні.

Ціллю експерименту було зібрати статистику та підтвердити або спростувати твердження про атомарну гладкість поверхні, а також з'ясувати дефекти поверхні на нанорівні. Сканування проводилось у режимі постійної відстані за таких параметрів: поляриність "+", напруга зміщення 500 мВ, струм стабілізації 1 нА, час зйомки даних в одній точці 0,5 мс. Площа сканування сягала 60x60 нм. Точки, в котрих знімалися експериментальні дані, були розкидані в довільному порядку по всій поверхні зразка. Щоб зібрати статистику для кожного зразка було проведено по 5 підходів з 10 експериментів.

Як зразки були використані монокристали молібдену орієнтації $\langle 111 \rangle$ та $\langle 110 \rangle$. Вони є циліндрами заввишки 4 мм та діаметром 5 мм. Основна особливість полягає в тому, що вони надчисті, чистота їх після перевірки становила 99,9999 %.

Проте елементи конструкцій лише в окремих випадках працюють в екстремальних умовах: в вакуумі, за підвищених температур, в агресивному середовищі тощо. У більшості випадків вони працюють в повітряному просторі при більш-менш сталих умовах. Однак, як відомо, в цьому випадку на поверхні матеріалу виникає функціональний шар. Так звана шуба, котра складається з окисного шару, пилу та сконденсованої вологи. Цей шар формується в перші 24 год. на повітрі, навіть без додаткового впливу [5]. Тому ми провели дослідження поверхні з функціональним шаром. Після травлення зразок було залишено вільно протягом п'яти діб. Ми припускаємо, що після цього функціональний шар змінюватиметься вже несуттєво.

Як ми зазначили, було проведено серію випробувань, результатами котрих стали тривимірні зображення поверхні та цифрові матриці висот. В якості оціночних величин шорсткості були вибрані R_a , R_z , R_r . Також було проаналізовано виявлені дефекти поверхні з використанням фрактальних методів.

Почали серію випробувань для обох зразків з шести експериментів із збільшенням кроку сканування Δx , Δy ; так площі сканування становили 60x60 нм, 120x120 нм, 300x300 нм. Результати сканування показані на рис. 1.

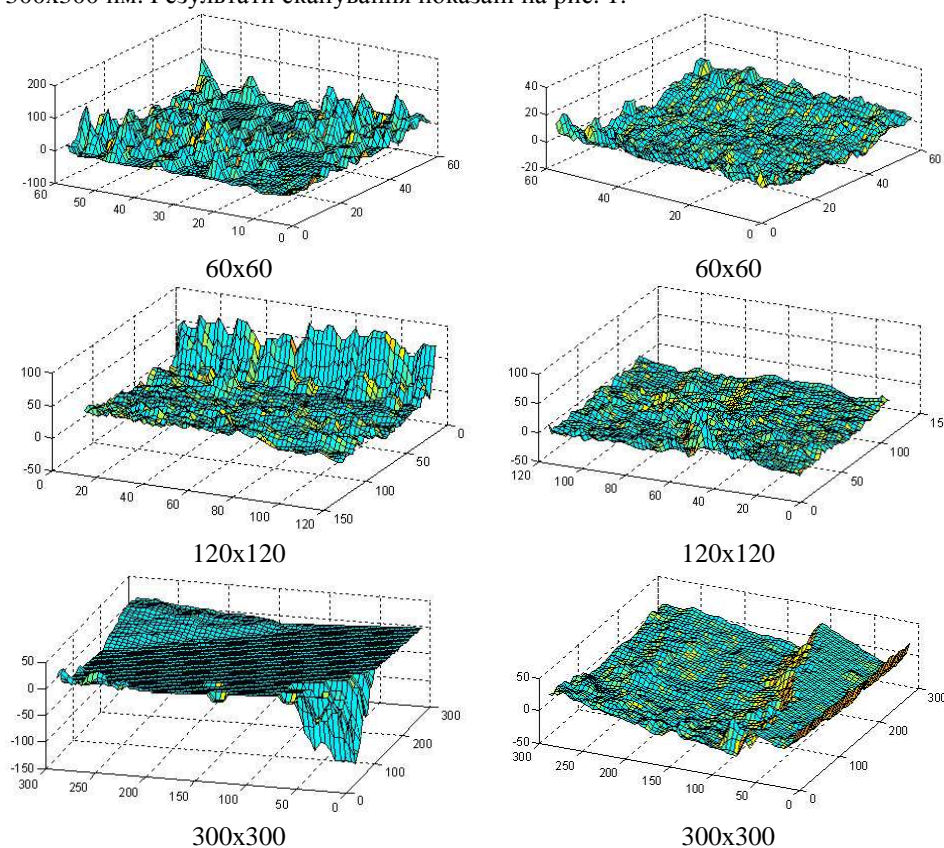


Рис. 1. STM зображення поверхонь монокристалів молібдену (ліворуч $\langle 111 \rangle$, праворуч $\langle 110 \rangle$)

Результати цих експериментів, наведені в табл. 1, засвідчують, що збільшення площі сканування не є доцільним, оскільки зміна значення шорсткості незначна, тобто рельєф поверхні досить рівномірний.

Таблиця 1

Величина шорсткості поверхонь монокристалів молібдену при різних площах сканування

Параметри шорсткості	Mo $\langle 111 \rangle$			Mo $\langle 110 \rangle$		
	60x60	120x120	300x300	60x60	120x120	300x300
$R_a, \text{Å}$	1,05	1,43	2,08	0,83	0,42	1,11
$R_z, \text{Å}$	21,27	22,18	21,99	12,16	20,44	14,22
$R_p, \text{Å}$	137,78	195,00	259,53	35,02	36,03	38,45

Після попередніх експериментів ми провели 5 підходів по 10 експериментів при незмінних параметрах сканування. Результати середніх значень шорсткості для кожної серії наведені у вигляді діаграм рис. 2.

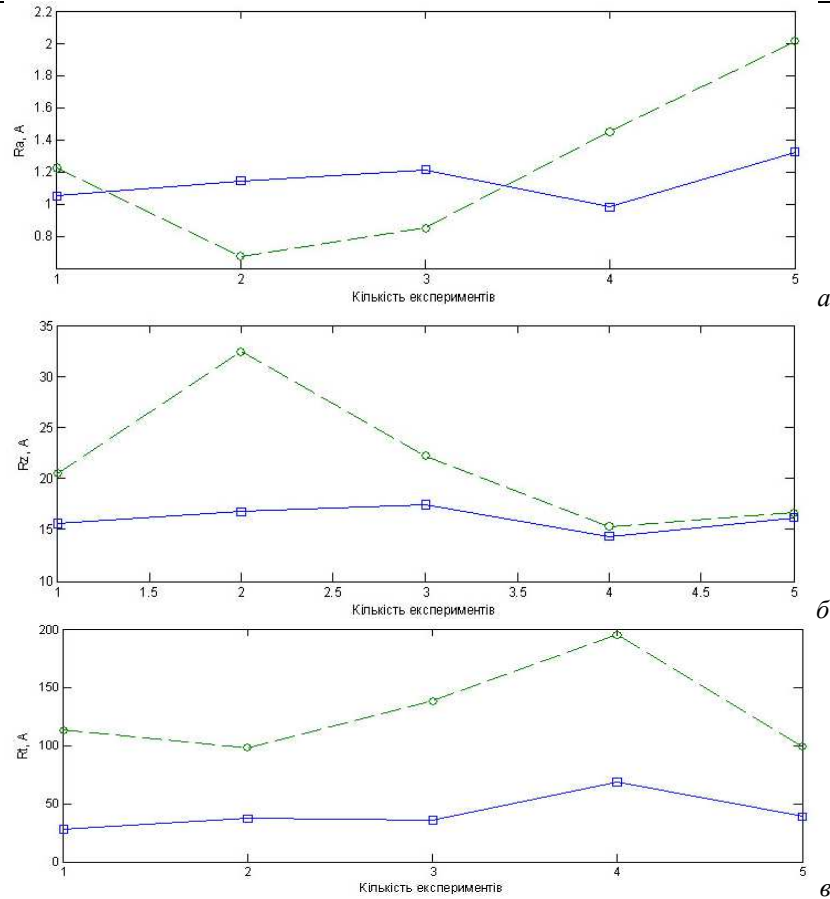


Рис. 2. а – графіки середньої арифметичної шорсткості; б – графіки середньої шорсткості по десяти точках; в – графіки розмаху висот. —○— поверхня монокристалу молібдену <111>, —□— поверхня монокристалу молібдену <110>

Дефекти були проаналізовані за допомогою фрактальних методів. Оскільки ми маємо справу з тривимірним простором, очевидним є той факт, що евклідова розмірність $E=3$, а розрахована топографічна розмірність D є в межах від 2,473 до 2,521.

Результати експериментів досліджень засвідчили, що поверхня монокристалів молібдену з функціональним шаром є досить гладкою. Обрані оцінні параметри шорсткості, а саме R_a , R_z , R_t , змінюються в межах кількох нанометрів, що підтверджує судження про атомарну гладкість вихідної поверхні. Аналіз наявних дефектів поверхні за допомогою фрактальних методів довів, що топографічна розмірність D є в межах від 2,473 до 2,521.

1. Stress anisotropy in circular planar magnetron sputter deposited molybdenum films and its annealing effect/ [Wu Y.G., Cao E.H., Wang Z.S. et al.] ; Appl. phys. A. – 2003. – Vol. 76, N 147. – 152 p.
2. Ведынский В.Д. Вакуумная технология оптического приборостроения / В.Д. Ведынский, В.П. Рязанкин. – М. : Высшая школа, 1988. – 51 с.
3. Готра З.Ю. Технология микрорелектронных устройств. Справочник / З.Ю. Готра. – М. : Радио и связь, 1991. – 107 с.
4. Lysenko O.G. Semiconductive diamond tip for combined scanning probe microscopy/ O.G. Lysenko, N.V. Novikov, A.G. Gontar et al. // J. of Superhard Materials. N 628. – 2006. – P. 9–18.
5. Вудраф Д. Современные методы исследования поверхности / Д. Вудраф, Т. Делчар // [пер. с английского Е.Ф. Шека]. – М. : Мир, 1989. – 564 с.

**RESEARCH OF THE MOLYBDENUM MONOCRYSTALS SURFACE WITH
DIFFERENT ORIENTATION USING SEMICONDUCTIVE DIAMOND TIP-
ASSISTED SCANNING TUNNELING MICROSCOPY**

M. Tsysar

*V.M.Bakul Institute for Superhard Materials
of the National Academy of Science
Avtozavodskaya Str., 2, 04074 Kiev, Ukraine
e-mail: Ts_maxim@ukr.net*

Investigation of molybdenum monocrystals with different orientation $\langle 111 \rangle$ & $\langle 110 \rangle$ is shown. Was determined that they has different surface topology. Crystals with $\langle 110 \rangle$ orientation has less surface defects and lower roughness.

Key words: scanning tunneling microscopy (STM), functional layer, semiconductiv diamond.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ
МОЛИБДЕНА РАЗЛИЧНОЙ ОРИЕНТАЦИИ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ
ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ С ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМ АЛМАЗНЫМ
ОСТРИЁМ**

М. Цысарь

*Институт сверхтвёрдых материалов им. В.М.Бакуля НАН Украины
ул. Автозаводская, 2, 04074 Киев, Украина
e-mail: Ts_maxim@ukr.net*

Представлены исследования монокристаллов молибдена различной ориентации $\langle 111 \rangle$ та $\langle 110 \rangle$. Было установлено, что они обладают различной топологией поверхности. Кристаллы с ориентацией $\langle 110 \rangle$ имеют меньшую шероховатость поверхности, и меньшее количество дефектов на поверхности.

Ключевые слова: сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), функциональный слой, полупроводниковый алмаз.

Стаття надійшла до редколегії 29.05.2009
Прийнята до друку 07.06.2010