

Исследование пленок на основе полимер-наноалмаз методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии

Д. Е. Петренко, Р. А. Камышинский, А. В. Алленов

Московский физико-технический институт (государственный университет)

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»

В настоящее время получение, исследование и применение наноалмазов вызывает неподдельный интерес у многих исследователей. Наноалмазы находят практическое применение в качестве сорбентов и носителей катализаторов, абразивных и износостойких покрытий. Кроме того, поскольку внешние электрические поля, необходимые для полевой эмиссии в этих структурах малы по сравнению с полями, необходимыми для полевой эмиссии в металлах, наноалмазы перспективны в качестве покрытия автоэлектронных катодов для вакуумной техники. Это обуславливает актуальность изучения наноалмазов и пленок на их основе, при этом одним из самых информативных методов исследования данных объектов являются методы электронной микроскопии.

Наночастицы детонационных наноалмазов синтезируются в процессе детонации смеси взрывчатых веществ в неокислительной среде (жидкой или газообразной) с отрицательным кислородным балансом. При определенных значениях температуры и давления в камере ($P \geq 10$ ГПа, $T \geq 3000$ К), соответствующих состоянию алмаза на фазовой диаграмме углерода, из атомов углерода, входящих в состав взрывчатого вещества, образуется детонационная сажа, содержащая до 75% алмаза и различные примеси, в основном – неалмазный углерод и различные металлы. Полученная смесь в дальнейшем очищается от примесей обработкой водным раствором кислоты, центрифугированием, декантацией и диспергированием в воде [1].

Подложки для нанесения ДНА выбирались, исходя из следующих требований: высокая проводимость, гладкость на атомарном уровне, относительная дешевизна. По этим требованиям были выбраны два типа подложек - электронный Si и rolling-assisted biaxially textured substrates (RABiTS) из сплава Ni- 5at%W(Ni-W).

ДНА наносились на подложку методом центрифугирования (технология spin-coating), представляющая собой нанесение коллоидного раствора вещества на вращающуюся подложку с дальнейшей самосборкой в испаряющемся растворе в тонкие пленки[2-3].

Коллоидный раствор ДНА, нанесенный на электронно-микроскопические медные сетки, покрытые сверхтонкой углеродной пленкой, исследовался методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) в просвечивающем/растровом электронном микроскопе (ПРЭМ) «Titan 80-300» (FEI, США) оборудованным корректором сферической aberrации, в режиме светлого поля при ускоряющем напряжении 300 кВ. Светлопольное ПЭМ изображение (рис. 1) частей образца показывает, что в большинстве случаев ДНА образуют конгломераты, а так же даёт количественную информацию о количестве и размере монокристаллитов наноалмаза.

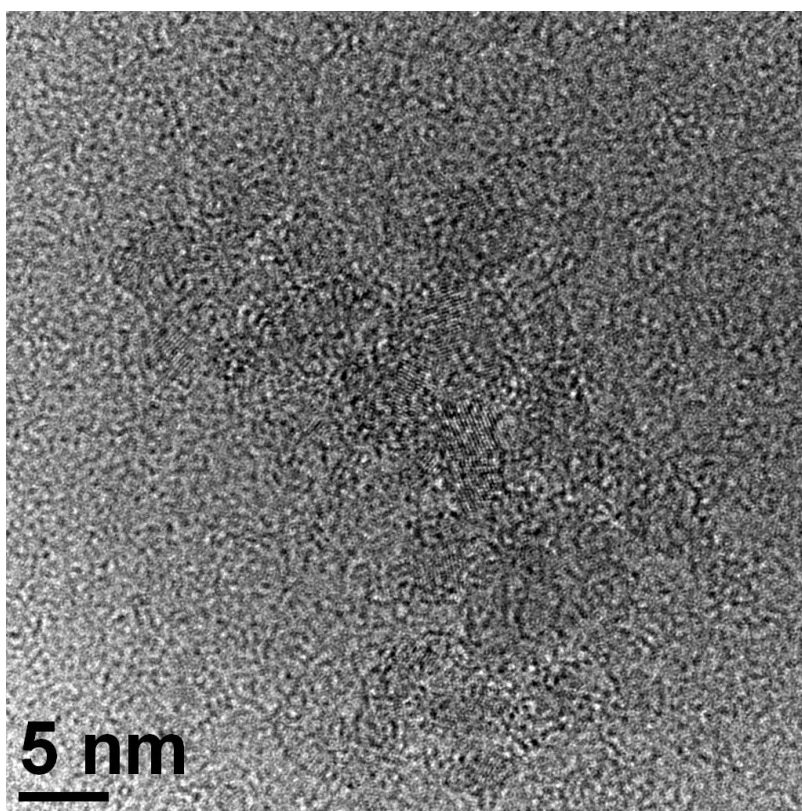


Рис. 1. Светлопольное ПЭМ изображение ДНА на электронно-микроскопической медной сетке

Остальные образцы, представляющие собой пленки на подложках Ni(W) и Si, образованные с использованием полимеров полиакриловая кислота (ПАК), сульфохитозан, каррагинан, (Рис. 2) исследовались методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) на электронно-ионном микроскопе «Helios» (FEI, США) в режиме регистрации вторичных электронов при ускоряющем напряжении 2 кВ. Для обработки полученных методами растровой электронной микроскопии изображений использовалось программное обеспечение ImageJ.

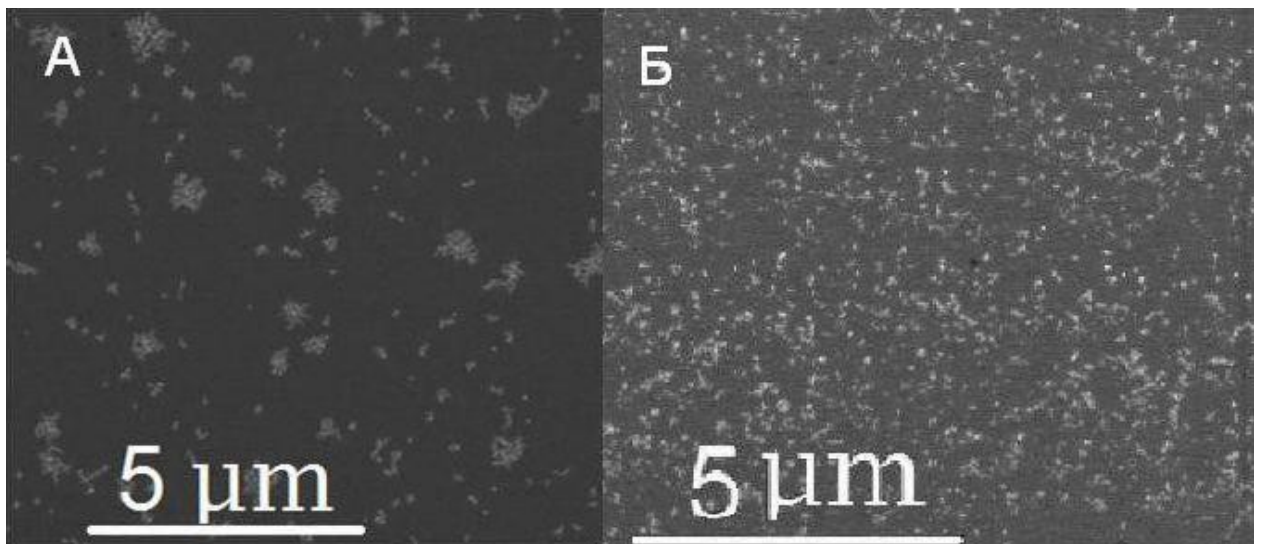


Рис. 2. РЭМ изображение композитных пленок сульфо-хитозан - ДНА на подложке Si, полученных при скорости центрифугирования: А) 4000 об/мин, Б) 8000 об/мин

В ходе работы исследовались зависимости размеров и плотности распределения на подложке конгломератов нанодiamondов в зависимости от типа подложки, состава и количества полимерного покрытия, скорости вращения подложки при нанесении раствора и расстояния от оси вращения (центра образца). Характерные зависимости представлены на рис. 3-4.

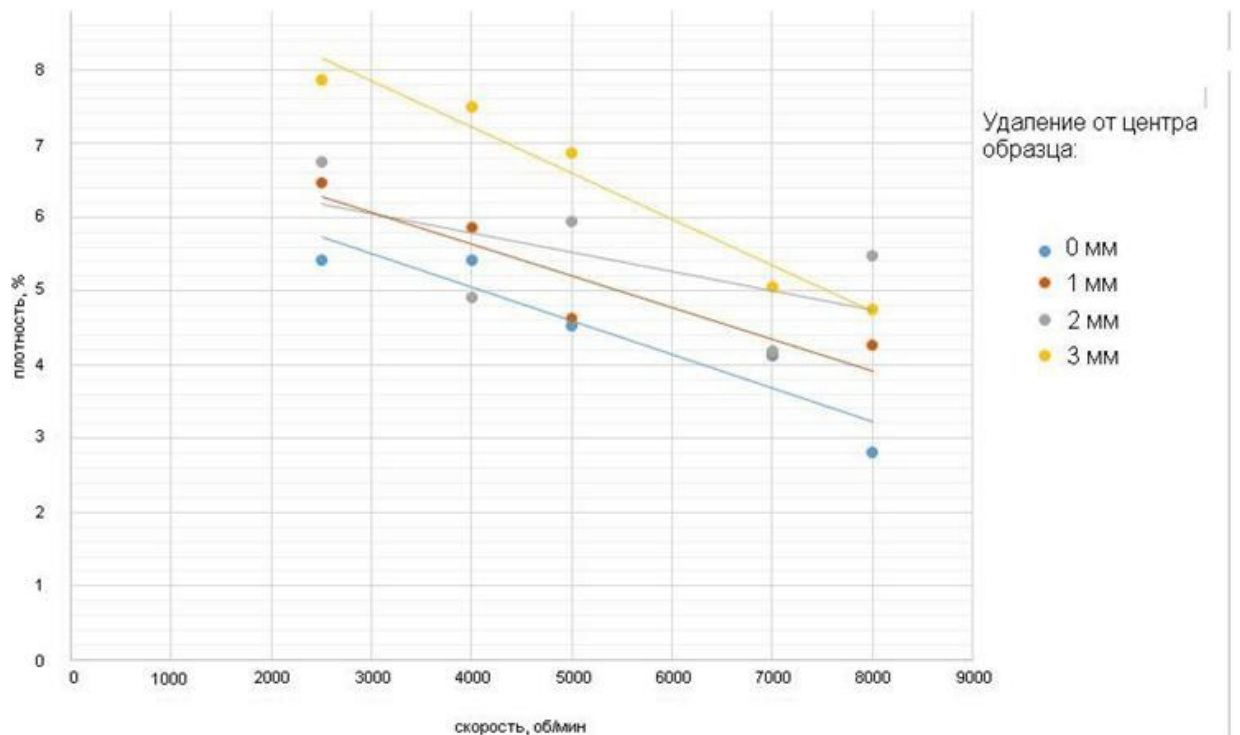


Рис. 3. Зависимость плотности распределения раствора полимер - ДНА на подложке Si от расстояния от центра образца для образцов, полученных при разной скорости центрифугирования.

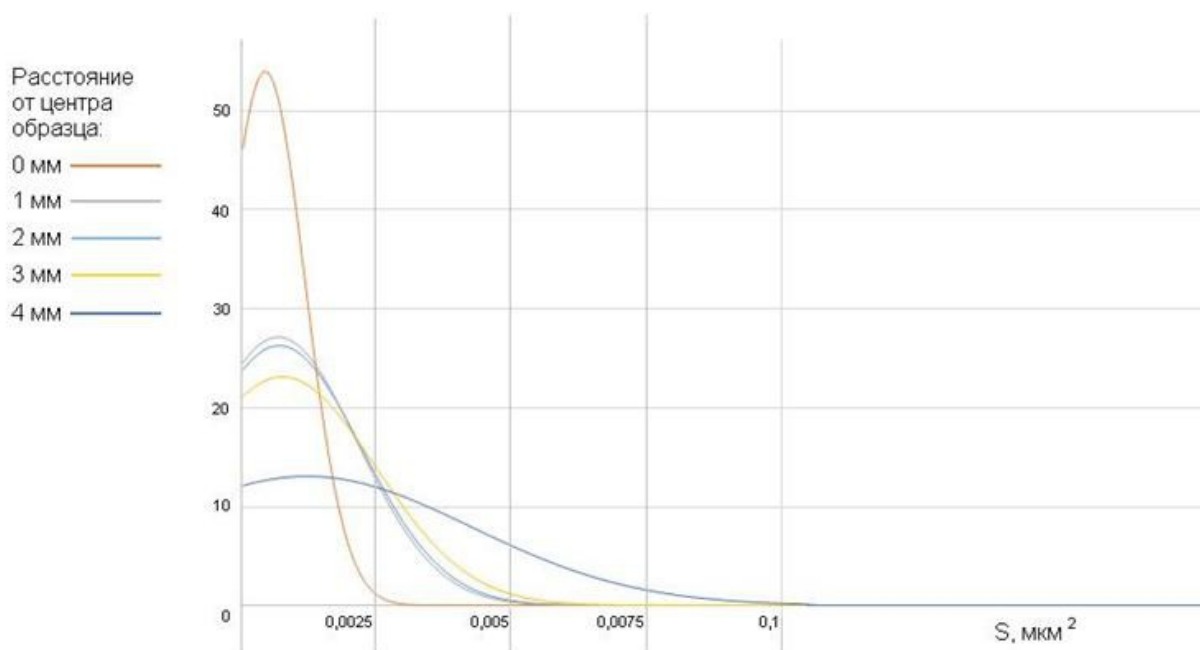


Рис. 4. Гистограмма распределения размеров кластеров ДНА

Литература

1. Houjin Huang, Liming Dai, David H. Wang, Loon-Seng Tan and Eiji Osawa Large-scale self-assembly of dispersed nanodiamonds – J. of Materials Chemistry. – 2008. - V.18. - RC1347–1352

2. Алфимов М.В., Лебедев-Степанов П.В., Хохлов П.Е. Способ получения упорядоченных наноструктурированных пленок на основе наночастиц. – Пат. РФ 2387044. – Приоритет от 17.10.2008

3. Тихонов А.С., Штыкова А.А., Лебедев-Степанов П.В., Петров А.Н., Алфимов М.В. Российские нанотехнологии. 2007. Т.2, №9-10. С. 40.