

11

Высокоразрешающие методы микроскопии при анализе структуры неоднородностей на поверхности органических пленок

© *В.В. Розанов, А.А. Евстапов*

Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург
E-mail: an_ews@mail.ru

Поступило в Редакцию 12 декабря 2007 г.

Анализируются особенности получения информации о поверхностной структуре полиимидной ленгмюровской пленки при ее исследовании методами высокоразрешающей атомно-силовой и конфокальной лазерной сканирующей микроскопии. Обсуждается предположение, что образование структурных неоднородностей микронных и субмикронных размеров связано как с механическими дефектами подложки, так и с процессом термической имидизации.

PACS: 68.37.-d

В настоящее время одной из актуальных задач современных технологий является получение тонких полиимидных пленок с заданными стабильными свойствами для использования в различных областях электроники и микросистемной техники [1]. Такого рода пленки могут быть изготовлены методом Ленгмюра–Блоджетт (ЛБ), заключающимся в формировании отдельных монослоев преполимера на границе раздела жидкость–газ, переносе их на твердофазную поверхность [2] и последующей термической имидизации [3]. Для получения тонких однородных бездефектных органических пленок на твердофазной поверхности важную роль играют как физико-химические характеристики твердой фазы, так и однородность и чистота полимерного материала. При этом качество пленок может быть косвенно охарактеризовано геометрическими параметрами поверхности пленок — шероховатостью, наличием царапин, выбоин и прочих дефектов, имеющих различный характер происхождения.

Проведенные ранее эксперименты показывают, что при использовании метода ЛБ могут иметь место дефекты, связанные с процессом

неравномерного распределения монослоев преполимера на твердой основе после их переноса с жидкой фазы [4] и влиянием рельефа поверхности подложки на тонкие пленки преполимера и полиимида [5]. Такие дефекты, однако, носят случайный характер и во многом связаны с подготовкой поверхности подложки. В то же время используемый для получения полиимидной пленки метод термической имидизации сопровождается удалением части вещества из структуры материала [6], что приводит к формированию неоднородных участков на поверхности пленки и может рассматриваться как один из видов технологических дефектов.

Наиболее приемлемыми неразрушающими методами, хорошо зарекомендовавшими себя при изучении поверхностного слоя органических пленок, являются методы конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (КЛСМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). Сочетание этих методов позволяет получить полную и объективную информацию об исследуемой поверхности [7]. Этому способствуют индивидуальные особенности формирования изображения, присущие каждому из методов, а также возможности перекрытия диапазонов измерения площади сканирования исследуемой поверхности.

Целью данной работы являлось изучение возможности получения новой информации при комплексном использовании методов КЛСМ и АСМ на примере исследования пленки преполимера (соли полиамидокислоты) в ходе термической имидизации.

КЛСМ-исследования поверхности ЛБ пленок проведены на микроскопе „Leica TCS SL“ (Leica, Германия) в отраженном свете на длине волны 488 nm. Были использованы объективы $10^{\times 0.3}$ HC PL Fluotar и $63^{\times 1.32}$ HCX PLAPO фирмы „Leica“. Метод КЛСМ позволил получить информацию о структурной неоднородности пленки на микронном и субмикронном уровнях. АСМ-исследования поверхности ЛБ пленок проведены на микроскопе „Смена“ (НТ-МДТ, Россия) в полуконтактном режиме сканирования. АСМ-метод дал возможность осуществить детальный анализ структурной организации поверхности на наноуровне. Исследования пленок проводили на воздухе.

Анализ одномасштабных КЛСМ (*a*) и АСМ (*b*) изображений (рис. 1) позволяет оценить характер распределения вещества по поверхности пленки и выявить ряд микродефектов. Особенностью этих изображений являются визуализированные области компактного распределения вещества в виде характерных по форме (объемных *I* или

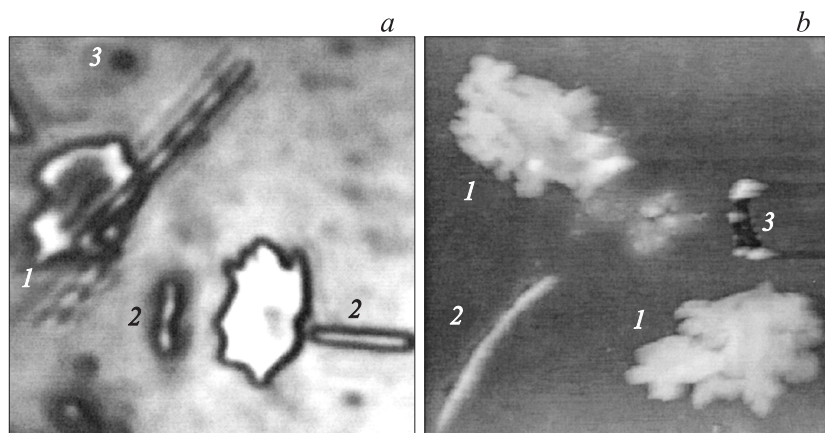


Рис. 1. КЛСМ- (*a*) и АСМ- (*b*) изображения с однотипными элементами структуры поверхности пленки. Площадь сканирования: *a, b* — $20 \times 20 \mu\text{m}^2$.

вытянутых 2) квазикристаллических образований. Кроме того, метод КЛСМ позволяет судить об изменении локальной толщины пленки по вариации интенсивности отражения светового потока и обнаружить участки, содержащие скрытые дефекты в виде пор, расположенных, вероятно, в объеме пленки. Методом АСМ визуализированы механические поверхностные дефекты (рис. 1, *b* (3) и рис. 2 (1)), глубина проникновения которых внутрь пленки соизмерима с толщиной самой пленки.

Оба метода позволили выделить в изображениях однотипные элементы структуры пленок, связанные с возможными технологическими дефектами поверхности: квазикристаллическими образованиями, порами, трещинами.

Сравнение КЛСМ-изображений квазикристаллических образований, полученных в полутоновом режиме отображения и с проведенной гамма-коррекцией (метод линейного растяжения) (рис. 3, *a* и *b*), позволяет предположить их возможную структурную организацию. Итак, в первом случае (рис. 3, *a*) представлено изображение участка поверхности, имеющей структурные неоднородности микронных размеров различной формы (1 и 3), иногда соединенных между собой (2). При гамма-коррекции визуализированы скрытые детали структурной организации,

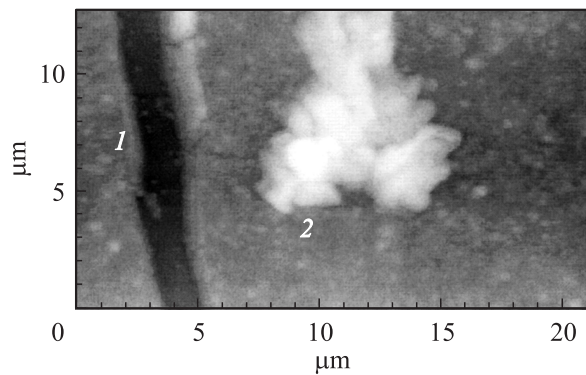


Рис. 2. АСМ-изображение участка поверхности пленки с механическим (1) и технологическим (2) типами дефектов.

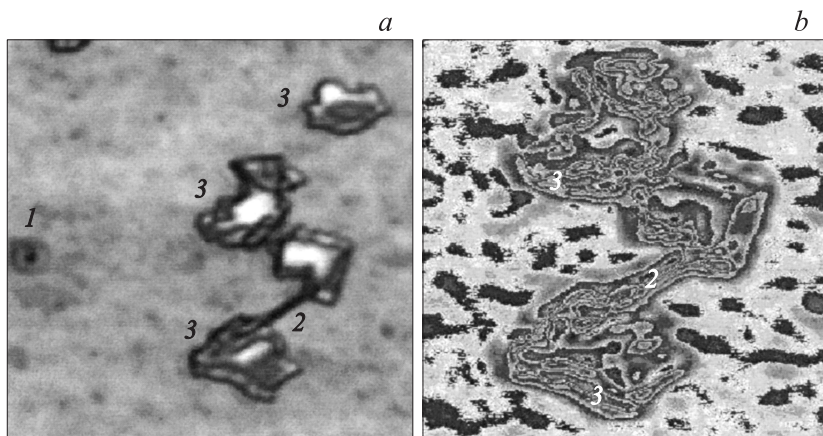


Рис. 3. КЛСМ-изображение участка поверхности пленки в полутоновом режиме отображения (a) ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$) и увеличенное изображение участка (3–2) с проведенной гамма-коррекцией (b) ($30 \times 30 \mu\text{m}^2$).

позволяющие предположить вероятную связь элементов структуры между собой. При анализе изображений структурной организации (рис. 3) обнаружено соединение двух квазикристаллических образований тонкой перемычкой (2), предположительно являющейся трещиной

с выделившимся веществом в поверхностном слое пленки. Ширина перемычки составила $\approx 0.5 \mu\text{m}$, что совпадает с шириной протяженных квазикристаллических структур, визуализированных методом АСМ.

Анализ объемных квазикристаллических образований методом АСМ (рис. 1, $b(1)$ и рис. 2(2)) показал, что они могут представлять собой конструкцию из сросшихся протяженных элементов, которые, в свою очередь, состоят из более „мелких“, также сросшихся между собой сгустков вещества с латеральными размерами $(1 \div 2) \mu\text{m}$. Образование таких сгустков может быть связано с процессом периодического выделения порций расплавленного вещества из структуры объема пленки вследствие термической имидизации, располагающегося вблизи места выделения соответственно энергетической целесообразности. Последовательное локальное накопление сгустков, заполнение ими еще незаполненных пространств среди других сгустков и последующее перенасыщение выделяемого вещества в местах скопления приводит к слипанию их между собой. Таким образом могут формироваться утончения в протяженных элементах, составляющих квазикристаллические структуры. Характерная высота всех обнаруженных квазикристаллических структур ($\approx 200 \text{ nm}$) определяется, вероятно, объемом вытесненных сгустков, их текучестью и наличием свободного места, которое может быть занято выделяемым веществом вблизи его выхода из объема пленки. Затрудненность дальнейшего выхода вещества, по-видимому, приводит к закупориванию действующей поры и способствует образованию пор для выделения вещества в других местах.

Таким образом, используя методы КЛСМ и АСМ, можно выявить особенности формирования структуры рельефа пленок, обнаружить структурные неоднородности пленки и оценить их размеры. В частности, на примере исследования пленки преполимера высказано предположение, что образование неоднородностей в микронном и субмикронном диапазонах может быть вызвано: а) механическими дефектами подложки и б) процессом термической имидизации, в ходе которого наблюдается перераспределение вещества пленки. Также используемый подход позволяет осуществить контроль за качеством получаемой пленки и определить возможную степень ее дефектности.

Авторы выражают благодарность своим коллегам из ЦМИД СПбГЭТУ „ЛЭТИ“ и ИВС РАН за предоставленные образцы пленок.

Список литературы

- [1] *Нанотехнология. Физика, процессы, диагностика, приборы* / Под ред. В.В. Лучинина, Ю.М. Таирова. М.: Физматлит, 2006. 551 с.
- [2] *Львов Ю.М., Фейгин Л.А.* // Кристаллография. 1987. Т. 32. № 3. С. 800–815.
- [3] *Suzuki M., Kakimoto M., Konishi T.* et al. // Chemistry Letters. 1986. P. 395–398.
- [4] *Голоудина С.И., Лучинина В.В., Розанов В.В.* и др. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. В. 23. С. 54–59.
- [5] *Розанов В.В., Евстрапов А.А.* // Научное приборостроение. 2007. Т. 17. № 4 (в печати).
- [6] *Паксюта В.М.* // Автореф. дис. на соис. ученой степ. канд. техн. наук. СПбГЭТУ „ЛЭТИ“, 2005.
- [7] *Horton M., Lehenkari P., Charras G.* // Microscopy and analysis. 2003. Is. 86. P. 17–19.