

原子力显微镜(AFM)在石英薄片表面形貌分析中的应用

杨 丽, 张佩聪, 王建华, 董万建

(成都理工大学材料与化学化工学院, 四川 成都 610059)

摘 要: 介绍了研究石英中杂质赋存状态的重要性以及原子力显微镜在石英表面分析中的应用 结果通过原子力显微镜我们能够看到石英表面颗粒分布均匀 结构致密 颗粒没有大尺度的起伏等表面结构 并且利用它高的分辨率得到了石英表面纳米级别的微观形貌 为后续确定杂质赋存状态做了准备。

关键词: 原子力显微镜; 石英薄片; 形貌分析

中图分类号: O613

文献标识码: A

文章编号: 1001-9677(2012)15-0124-02

Application of Atomic Force Microscopy in Surface Morphology Analysis of Quartz Thin Section

YANG Li, ZHANG Pei-cong, WANG Jian-hua, DONG Wan-jian

(College of Materials, Chemistry and Chemical Engineering, Chengdu University of Technology, Sichuan Chengdu 610059, China)

Abstract: The importance of studying the impurity occurrence state and the application of atomic force microscopy (AFM) in surface analysis of quartz were introduced. The quartz grains were well distributed and had compact structure and non-large scale fluctuation. The nanometer level micro-morphology was obtained using high resolution of AFM, which made preparation for the subsequent determination of impurities occurrence state.

Key words: atomic force microscopy; quartz thin section; morphology analysis

我国是一个人口大国,同时也是一个资源消耗强国。随着科学技术的进步,光电源、电子工业、光通讯、大规模和超大规模集成电路、激光、航天、军工等高科技产业迅猛发展,这些行业对高纯石英砂需求量越来越大^[1]。最初国内外的高纯石英砂是由一、二级天然水晶加工而成,现在一、二级天然水晶资源在世界范围内的日趋枯竭^[1-3],为了满足市场对高纯石英砂的需求,我们必须找到能够生产高纯石英砂的方法,因此探究杂质的赋存状态以对石英砂的提纯做指导成为我们必须解决的问题。原子力显微镜是近年来迅速发展的一种研究手段^[4],成为材料表面形貌分析的一种有力观察和研究工具。原子力显微镜能够以更高的分辨率在接近原子尺度上研究材料表面或界面结构,获得直观反映样品纳米尺度表面结构及性质的信息。为了确定杂质的赋存状态,我们首选的方法是用原子力显微镜对石英的表面进行了分析,在看到石英表面结构和微观形貌后再和其他方法相结合去确定杂质赋存状态。本文主要研究的是用原子力显微镜对石英表面的分析。

1 仪器及样品的制备

通过检测探针与样品间的作用力可表征样品表面的微观形貌,这是 AFM 最基本的功能^[5]。所用的仪器为本原扫描探针显微镜系统中的原子力显微镜(CSPM5500)。我们所用石英薄片样品是某脉石英矿经切割、抛光制备而成的,把抛光后的石英做成高为 1 mm,面积为 1 cm × 1 cm 的样品。用丙酮、无水乙醇各超

声波洗 15 min,再用去离子水反复清洗,然后烘干。由于石英片本身弹性模量比较大,硬度高,所以我们采用的工作模式为接触模式。

2 结果分析

2.1 石英薄片的 AFM 二维和三维表面形貌分析

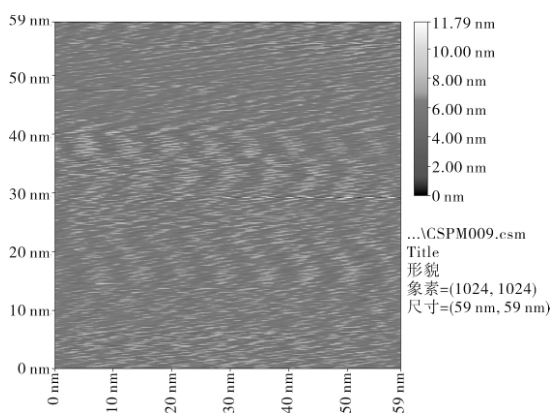


图 1 石英薄片的 AFM 二维图

图 1 和图 2 为石英薄片的 AFM 图。我们看到样品的观察尺寸为 59 nm × 59 nm, Z 轴最高突起为 11.79 nm,从图看出该样品

作者简介:杨丽,女,硕士研究生,主要从事材料物理与化学方向。

的颗粒分布大致比较均匀,清晰可辨,结构致密,大部分颗粒高度接近一致,没有大尺度的起伏,但也存在几个比较尖的突起的颗粒,还有两个发白的颗粒顶端看上去像被平整的切割了,说明这两个颗粒的高度超出了高度测量范围。突起晶粒的存在可能是因为石英矿本身的硬度比较高,抛光不均匀造成的。

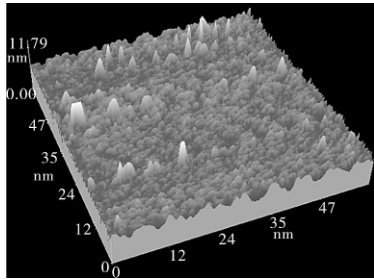


图 2 石英薄片的 AFM 的三维图

2.2 Imager 后处理软件对石英薄片形貌的具体分析

Imager 后处理软件是对石英薄片表面形貌的具体分析,包括高度分析、层次分析、面粗糙度分析和颗粒尺度分析等。

2.1.1 Imager 后处理软件中的高度分析

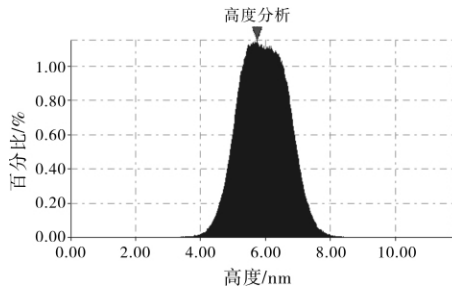


图 3 高度分析图

由图 3 的高度分析图知,颗粒高度百分比大致呈正态分布,颗粒顶点数为 240,颗粒高度集中在 4.00 ~ 8.00 nm 范围内,高度小于 4.00 nm 和大于 8.00 nm 的颗粒较少,在移动红色光标的过程中发现顶点 - 顶点高度差在变化,最高峰的高度和图最右端高度差为 6.06 nm,最高峰为 5.73 nm,由此可以算出颗粒最大高度为 11.79 nm,其中高度为 5.73 nm 的颗粒所占的比例最大,高达近 1.20%,说明高度为 5.41 nm 的颗粒最多。

2.2.2 Imager 后处理软件中的层次分析

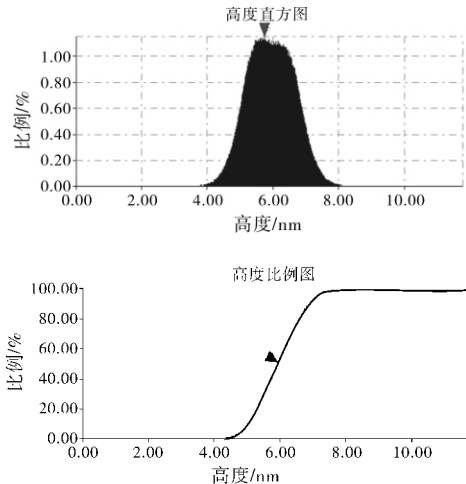


图 4 层次分析图

由图 4 的层次析分析图可知,统计区域的总面积 3481 nm²,颗粒平均高度为 5.941 nm,层次分析图中的高度直方图与高度分析图功能基本相同,所不同的是此图还能统计某高度所对应的面积的大小,在移动红色光标的过程中高度所对应的比例和面积都在发生变化,由上面的数据可知高度为 5.734 nm 的颗粒所占的比例为 1.149%,与高度分析图分析结果一致。

高度比例图的曲线代表图像在各个高度上的累计百分比,也即是说,曲线上的点代表图像中小于等于该高度(横坐标)的像素的百分比(纵坐标)。在移动红色光标的过程中发现颗粒最小高度为图最左端对应的高度 4.435 nm,所占面积为 34.81 nm²,所占的比例为 1%,颗粒最大高度为图最右端所对应的高度 11.79 nm,所占面积为 3481 nm²,所占比例为 100%。在移动红色光标的过程中高度、比例和面积都在发生变化,高度在最小值 4.352 ~ 7.00 nm 之间的图像是连续变化的,曲线比较平滑,说明这个范围内的颗粒比较多,并且高度是变化是连续的,而高度大于 7.00 nm 时,图像会出现阶梯式的跳跃,并且在阶梯的水平部分移动光标时,只有高度在变化,面积和比例都不变,说明只有水平部分的其他高度是不存在的,由此知此范围内的颗粒数量很少,与高度分析图相吻合。

2.2.3 Imager 后处理软件中的面粗糙度分析和颗粒尺度分析

表 1 Imager 后处理软件中的面粗糙度分析和颗粒尺度分析

名称	平均面粗糙度/nm	平均直径/nm	最大高度/nm	最小高度/nm	平均高度/nm	平均面积/nm ²
数值	0.591	0.455	11.790	4.484	5.941	0.163

表 1 为 Imager 后处理软件中的面粗糙度和颗粒尺度分析得到的数据,表中数据都是纳米级大小。

通过 Imager 后处理软件对石英薄片表面形貌的具体分析,包括高度分析、层次分析、面粗糙度分析和颗粒尺度分析,具体到面粗糙度、直径、颗粒高度、和面积等,所有数据都是纳米级大小,所以我们得到的是石英表面纳米级的微观形貌,且与我们看到的二维和三维图一致。

3 结论

通过原子力显微镜对石英表面的形貌分析,我们得出如下结论:

- (1) 由石英薄片的 AFM 二维、三维 AFM 图看到石英表面颗粒分布均匀,结构致密,颗粒没有大尺度的起伏等表面结构。
- (2) 通过 Imager 后处理软件的具体分析,具体到颗粒高度、直径、面积及表面粗糙度等,所有的数据都是纳米级的尺寸,于是我们得到了石英表面纳米级的面粗糙度、直径、颗粒高度和面积等微观相貌。
- (3) 利用石英的表面结构和纳米级的微观形貌为后续的确杂质赋存状态做准备。

参考文献

[1] 申士富. 高纯石英砂研究与生产现状[J]. 中国非金属矿工业导刊, 2006(5): 13-14.

[2] Kemmochi et al. High-purity quartz glass and method for the preparation thereof: United States 5968259 [P]. Oct. 19, 1999.

[3] Stato et al. Process for continuous refining of quartz powder: United States 5637284 [P]. Jun. 10, 1997.

[4] 张涛. 原子力显微镜在材料和生命科学中的应用研究[D]. 大连: 大连理工大学光学, 2007.

[5] 贺祯, 侯艳超, 周璇, 等. 原子力显微镜在纳米材料研究中的应用[J]. 陕西科技大学学报, 2011, 29(6): 26.