

## ĆWICZENIE 5

### **Analiza struktury nanokompozytów.**

#### **Cel ćwiczenia:**

Określenie stopnia rozproszenia i rozmiaru nanonapełniaczy w osnowie polimerowej.

Analiza topografii i obrazów fazowych nanokompozytów za pomocą mikroskopii sił atomowych AFM.

#### **WPROWADZENIE**

Mikroskop ze skanującą sondą (Scanning Probe Microscope – SPM) z serii MultiMode (MM), jest mikroskopem zaprojektowanym do obrazowania małych próbek (o średnicy ok. 15mm), przy użyciu wymiennych skanerów. Urządzenie to umożliwia pozyskiwanie obrazów o różnych rozmiarach poczynając od skali atomowej do rozmiarów powyżej 125 um.

MM-SPM jest system z tzw. skanującą próbką, co oznacza, że skanowanie odbywa się za pomocą nieruchomo zamieszczonej końcówki sondy skanującej oraz próbki przemieszczającej się adekwatnie do kierunku skanowania. Jest to przykład jednego z rozwiązań wykorzystywanych przez Veeco. W innych przypadkach, jak np. w systemach Dimension, to próbki znajdują się w pozycji nieruchomej, natomiast skanowanie odbywa się za pomocą ruchomej końcówki sondy skanującej przyczepionej do uchwyty tuby skanera piezoelektrycznego. W przypadku systemu MM-SPM próbka mocowana jest na metalowym krążku (podstawce), który umieszczony jest na uchwycie magnetycznym znajdującym się na szczycie tubki skanera piezoelektrycznego. Napięcie przyłożone na skaner piezoelektrycznego powodują rastrowy ruch próbki, z której igła pobiera informacje na zasadzie analogicznej do fonografu czytującego dane z płyty winylowej.

Istnieje szereg trybów, w których pracuje MultiMode SPM:

- **Tryb kontaktowy AFM (Contact AFM)** – dokonuje pomiaru topografii poprzez przemieszczanie mechaniczne skanującej sondy nad powierzchnią próbki. Umożliwia pomiar w powietrzu i w cieczy (patrz, Rozdział 9).

- **TappingMode AFM** – dokonuje pomiaru topografii poprzez „dotykanie” powierzchni oscylująca sondą skanującą. Tryb TappingMode eliminuje siły związane z ocieraniem się sondy o próbkę, mogące doprowadzić do uszkodzeń delikatnych warstw wierzchnich i tym samym do pogorszenia rozdzielczości skanowanego obrazu. Tryb umożliwia pozyskiwanie obrazu w powietrzu lub w cieczy (patrz, Rozdział 10).

- **Obrazowanie fazowe (Phase Imaging)**– umożliwia pozyskiwanie obrazów kontrastowych pod względem adhezji i sztywności (patrz, Rozdział 10 i Rozdział 16).

- **Tryb bezkontaktowy AFM (Non contact AFM)** – dokonuje pomiaru topografii poprzez czułość na siły przyciągania Van der Waalsa pomiędzy końcówką sondy skanującej, a powierzchnią skanowanej próbki, w stosunku do której, końcówka znajduje się na pewnej wysokości. Tryb oferuje gorszą rozdzielczość w stosunku do Contact AFM lub TappingMode AFM.

- **Tryb LiftMode** – łączona technika dwuprzebiegowa, w którym możliwy jest pomiar odpowiednio topografii (przy użyciu TappingMode) lub innej, wybranej cechy (np. siły magnetycznej lub elektrycznej), Pomiar topograficzny wykorzystany jest w tym przypadku do śledzenia próbki na stałej, określonej wysokości od jej powierzchni. (Rozdział 15).

- **Magnetic Force Microscopy (MFM)** – dokonuje pomiaru rozkładu gradientu siły magnetycznej nad powierzchnią. Wykorzystuje *LiftMode* do śledzenia topografii. (Rozdział 16).

- **Lateral Force Microscopy (LFM)** – mierzy siły tarcia pomiędzy końcówką sondy skanującej, a powierzchnią próbki. (Rozdział 13).

- **Skaningowa mikroskopia tunelowa (Scanning Tunneling Microscopy, STM)** – pomiar topografii powierzchni próbki przewodzącej przy użyciu prądu tunelowego, który zmienia się pod wpływem odległości końcówki sondy skanującej od powierzchni próbki. Opcjonalnie, dostępny jest niskoprądowy STM, umożliwiający pracę w zakresie prądów tunelowych subpikoamperowych, co jest szczególnie istotne w przypadku próbek słabo przewodzących. Istnieje możliwość przeprowadzania spektroskopii tunelowej.

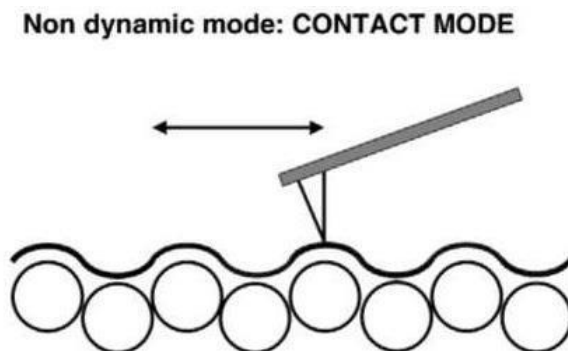
- **Mikroskopia elektrochemiczna (ECSTM, ECAFM)** – mierzy strukturę oraz właściwości materiałów przewodzących zanurzonych w roztworach elektrolitycznych z możliwością kontroli potencjałów lub bez potencjału. Patrz, instrukcja obsługi elektrochemicznego SPM.

- **Litografia** – Umożliwia wykorzystanie końcówki do ścierania warstwy lub wykonywania testów wgłębnikowych na powierzchni. Umożliwia tworzenie własnych wzorów, przeprowadzanie testów mikrotwardości, itd. Wykonywana jest przy użyciu trybu kontaktowego lub STM. Szczegóły, *Command Reference Manual* oraz *Support Note 225 – Nanoindentation / Nanoscratching*.

- **Torsion Resonance Mode (TR Mode)** – mierzy topografię powierzchni poprzez oscylację skrętną skanującej sondy – zobacz *Torsional Resonance Support Mode*.

W mikroskopie sił atomowych do zobrazowania powierzchni próbki można wykorzystać siły krótko- lub długo-zasięgowe. Ze względu na rodzaj tych sił wyróżniamy następujące główne tryby pomiarowe:

#### Tryb kontaktowy:



- Wykorzystuje metodę kontaktową. W odległości 1 Å ostrza od próbki powstaje kontakt z próbką. Umieszczony za wysięgnikiem STM rejestruje wychylenia. Siła odpychania umożliwia pomiar topografii ze zdolnością rozdzielczą poniżej 0,1 Å. Rejestracji wychylenia wysięgnika dokonuje się również metodami elektrycznymi, bądź optycznymi. W trybie kontaktowym ostrze AFM odgrywa rolę profilometru badającego topografię powierzchni. Nacisk ostrza na powierzchnię wynosi od  $10^{-11}$  N do  $10^{-7}$  N, co powoduje, że obszar kontaktu pomiędzy ostrzem a powierzchnią próbki jest ekstremalnie mały. W tym trybie wykorzystywane są krótko-zasięgowe siły oddziaływania

międzyatomowego. Pomiedzy atomami na czubku ostrza a atomami próbki zachodzą bezpośrednie interakcje ich sfer elektronowych, a działające na ostrze siły odpychające powodują ugięcie mikrobilki. Ostrze podczas skanowania jest w kontakcie z próbką (obszar odpychających sił van der Waalsa).

Pomiar siły dokonywany jest przez rejestrację wychylenia (ugięcia) swobodnego końca dźwigni z ostrzem podczas skanowania próbki

$$F = -c \Delta z \quad [\text{N}]$$

$c$  – stała sprężystości

$\Delta z$  – wychylenie dźwigni

Całkowita siła jaką ostrze działa na próbkę:

$$F = F_c + F_{adh} - F_{VDW}$$

$F_c$  – siła wywierana na próbkę przez dźwignię,

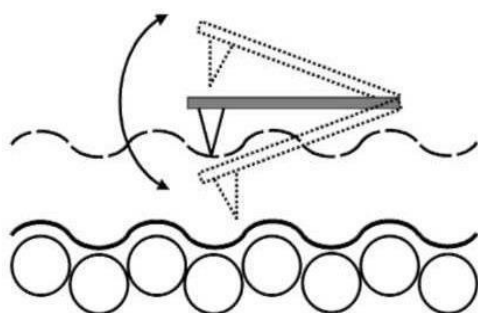
$F_{adh}$  – siła adhezji (kapilarna, elektrostatyczna),

$F_{VDW}$  – siła van der Waalsa.

W trybie kontaktowym wykorzystywane jest ostrze o małej stałej sprężystości  $c < 1 \text{ N/m}$  co pozwala zminimalizować siłę oddziaływania między ostrzem a próbką podczas skanowania. Długość dźwigni 100-200  $\mu\text{m}$ . Duża rozdzielczość obrazów. Możliwość uszkodzenia próbki lub ostrza.

### Tryb bezkontaktowy:

Dynamic mode: NON-CONTACT MODE



- Polega na wprowadzeniu w drgania (o częstotliwości drgań własnych) wysięgnika z ostrzem. W tym przypadku utrzymuje się odległość ostrza od próbki (10-100 nm). Istnieje zatem

możliwość badania sił dalekiego zasięgu (elektrostatycznych, magnetycznych, van der Waalsa). Wysięgnik wprawiony w drgania, za pomocą generatora, w przypadku umieszczenia go w obszarze gradientu działającej nań siły zmienia fazę oraz częstotliwość drgań, co jest rejestrowane. Dźwignia oscyluje z częstotliwością rezonansową lub blisko niej. Możemy traktować ją jako oscylator harmoniczny z częstotliwością rezonansową  $f$ .

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{C_{eff}}{m}} \text{ [Hz]}$$

$m$  – efektywna masa dźwigni i ostrza,

$C_{eff}$  – efektywna stała sprężystości.

Detekcja w trybie bezkontaktowym:

- zmiana stałej sprężystości dźwigni w obecności gradientu siły powoduje zmianę częstotliwości rezonansowej dźwigni.

Metody detekcji zmiany częstotliwości rezonansowej:

- Detekcja amplitudy

- dźwignia oscyluje z ustaloną częstotliwością  $f_{ex} > f_0$

- gdy  $dF/dz = 0$  amplituda oscylacji jest trochę niższa od amplitudy dla  $f_0$

- zmiana częstotliwości rezonansowej powoduje zmianę amplitudy zmian dźwigni

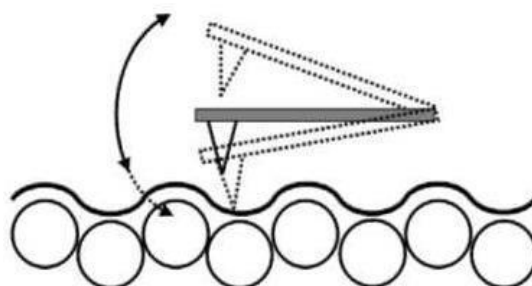
- Detekcja częstotliwości

- dźwignia oscyluje z rezonansową częstotliwością  $f$

- zmiana częstotliwości jest mierzona bezpośrednio

**Tryb z przerywanym kontaktem (Tapping mode):**

**Dynamic mode: TAPPING MODE**



• Jest to metoda podobna do bezkontaktowej z tym, że ostrze znajduje się bliżej powierzchni i amplituda jego drgań jest większa tak, że w skrajnej pozycji ostrze lekko dotyka próbki. Oczywiście, jest to metoda pośrednia między dwoma powyższymi. Daje możliwości, czasem bardzo użytecznego kompromisu ich wad i zalet:

- oscylująca dźwignia z ostrzem jest blisko częstotliwości rezonansowej ( $f = 50-500$  kHz)
- duża amplituda oscylacji ( $>20\text{nm}$ ) kiedy ostrze nie jest w kontakcie z próbką
- oscylujące ostrze jest zbliżane do próbki i zaczyna uderzać w próbkę
- krótka, sztywna dźwignia z krzemu ze zintegrowanym ostrzem
- duża stała sprężystości dźwigni ( $c = 20 - 80$  Nm)
- wysoka częstotliwość rezonansowa ( $f = 200 - 400$  kHz)
- możliwość skanowania miękkich powierzchni
- dobra zdolność rozdzielcza

Za pomocą mikroskopu sił atomowych można uzyskać mikroskopowe mapy opisujące zarówno ukształtowanie powierzchni, jak i jej właściwości fizyczne, takie jak: tarcie, adhezja, rozkład ładunku elektrostatycznego, przewodność elektryczna, struktura domen magnetycznych czy przewodność termiczna. AFM umożliwia także obrazowanie ścian domenowych w ferroelektrykach. Przeprowadzenie pomiaru zwykle nie wymaga skomplikowanych procedur przygotowania badanej próbki (w porównaniu z innymi metodami mikroskopowymi) i może być dokonane zarówno w powietrzu, jak i w cieczy czy w próżni. Dzięki temu np. w biologii staje się możliwe obrazowanie i badanie właściwości żywych komórek w ich naturalnym ciekłym środowisku, co jest utrudnione w przypadku szeroko dotychczas stosowanej mikroskopii elektronowej.

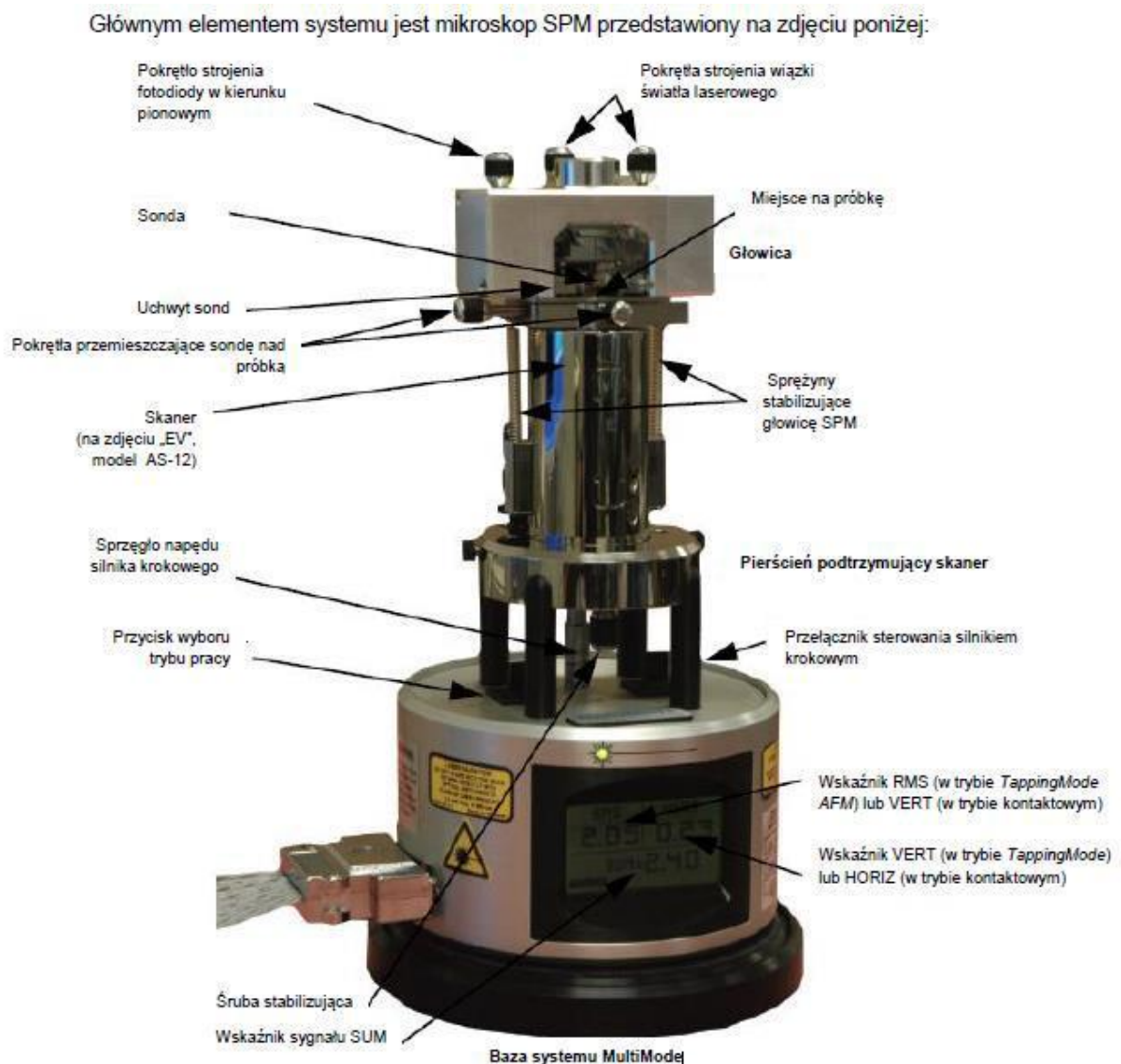
Metodą AFM bada się albo tzw. powierzchnie swobodne próbek (czyli powierzchnie takie jak naturalnie występują) albo powierzchnie otrzymane w wyniku bardzo precyzyjnego cięcia próbki. Często bada się też pojedyncze warstwy atomów nanoszone na specjalnych matrycach.

Mikroskopia sił atomowych znalazła również zastosowanie w kontroli jakości w przemyśle materiałów optycznych, półprzewodnikowych oraz magnetycznych nośników pamięci.

Mikroskop sił atomowych umożliwia badanie gładkości powierzchni stempli do wyrobów płyt kompaktowych.

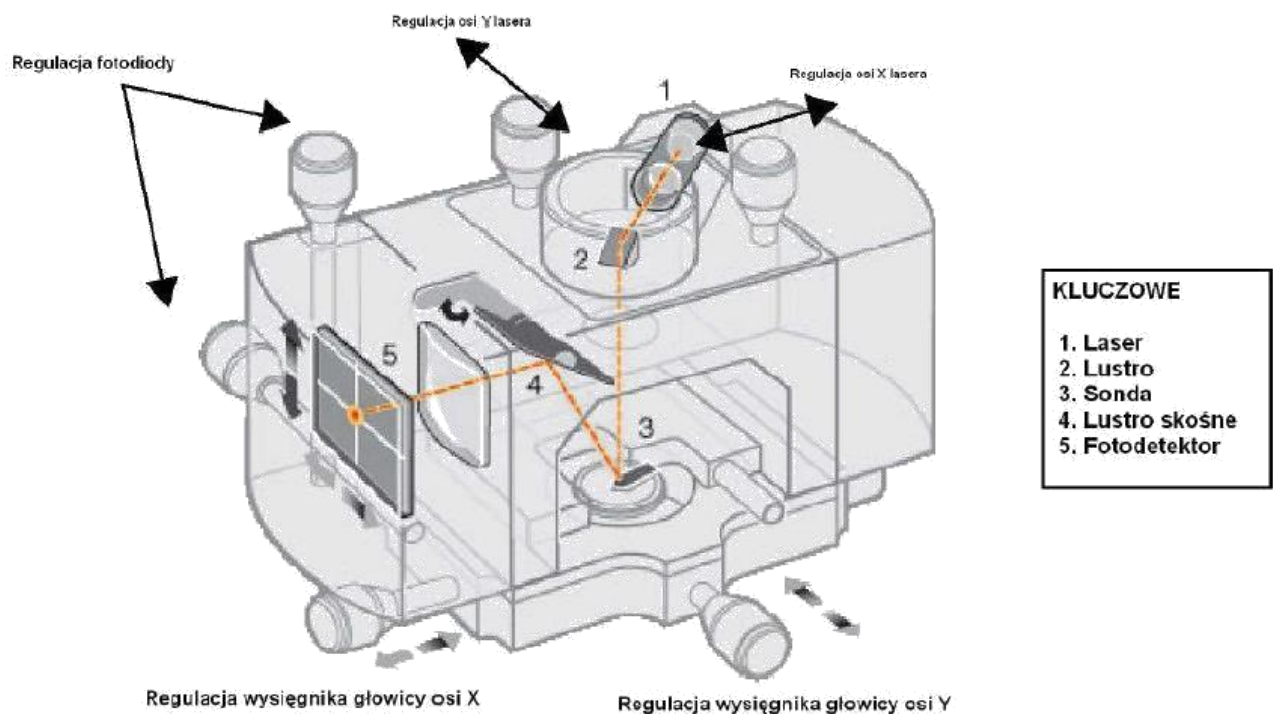
AFM stosuje się w chemii i fizyce do badania m.in. struktury krystalicznej próbek, ponadto do obserwacji formowania warstw surfaktantotwórczych cząstek koloidalnych lub np. do bezpośredniej obserwacji, w jaki sposób "układają" się cząsteczki polimeru w stopie. Metoda ta jest też często wykorzystywana w metalurgii, geologii i biofizyce.

Budowa urządzenia i zasada działania:



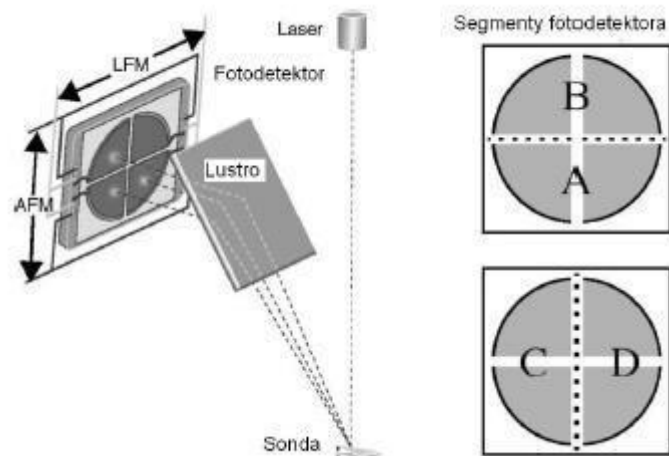
## 1. Głowica SPM

Na zdjęciu poniżej przedstawiono głowicę MM-SPM wraz z opisem pokręteł sterujących. Głowica z zamontowanym wysięgnikiem osi X-Y współpracuje kinetycznie ze skanerem poprzez trzy bolce kontaktowe. Para sprężyn zabezpieczających stabilizuje głowicę, umożliwiając jej podnoszenie i opuszczanie za pomocą gwintowanych śrub regulacyjnych przechodzących przez korpus skanera. W starszych modelach, obydwie śruby były regulowane ręcznie przez operatora, zaś tylna była regulowana poprzez silnik krokowy. Nowsze modele skanerów, tzw. „pionowych” wykorzystują regulację za pomocą pojedynczej śruby sterowanej silnikiem krokowym.



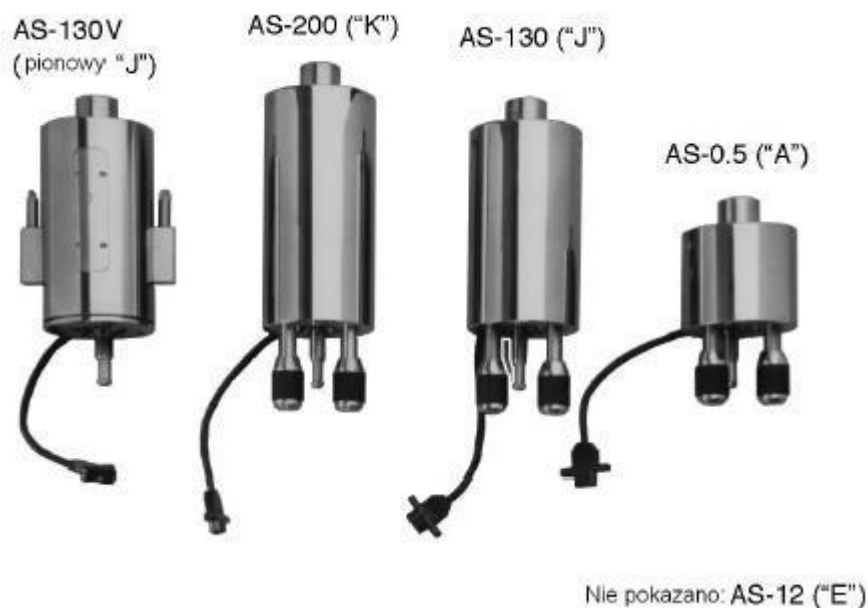


Na zdjęciu przedstawiono wewnętrzne elementy głowicy AFM. Matryca fotodetektora – cztery elementy detektora światłoczułego, zapewnia uzyskanie różnych danych w zależności od trybu pracy. Sygnał SUMY, bez względu na tryb pracy, uzyskiwany jest ze wszystkich pól detektora. Wzmocniona różnica sygnałów między dolną, a górną połową matrycy umożliwia uzyskanie informacji o odchyleniu dźwigienki sondy. Różnica ta wykorzystywana jest bezpośrednio w trybie kontaktowym AFM. W trybie z przerywanym kontaktem (TappingMode), mierzona jest zmiana amplitudy oscylacji dźwigienki sondy skanującej. Jednocześnie informacja ta konwertowana i wyświetlana jest w postaci wartości skutecznej RMS (bądź w postaci sygnału fazowego, jeżeli takowy jest dostępny). Analogicznie, różnica sygnałów między lewą, a prawą połową macierzy fotodetektora, daje informację o skręceniu ramienia dźwigienki skanującej, co jest wykorzystane np. przy pomiarze sił działających w poprzek beleczki sondy (typ danych: Tarcie).



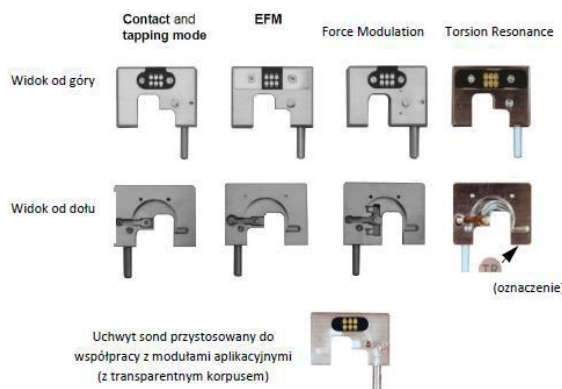
## 2. Skanery

Na zdjęciu poniżej przedstawiono wymienne skanery dostępne dla mikroskopu SPM MultiMode. W zależności od wybranego modelu, zmienia się maksymalny zasięg skanowanej powierzchni jak i rozdzielczość uzyskanego obrazu. Im dłuższy skaner (jak np. „J”) tym większy zasięg mierzonej powierzchni. Krótsze skanery (np. typu „A”) oferują mniejszy zakres, ale rozdzielczości uzyskanych obrazów mogą dochodzić nawet do skali atomowej. Mniejsze skanery wykazują tendencję do mniejszej wrażliwości na zakłócenia powstające w zakresie częstotliwości, głównie ze względu na ich kompaktową obudowę. Większe skanery pozwalają zwiększenie skanowanego obszaru, ale wymagają jednocześnie zastosowania dodatkowych środków zapobiegających powstawaniu szumów podczas pomiaru obszarów o mniejszych rozmiarach w wyższej rozdzielczości.



### 3. Uchwyty sond

Rodzaj badanej próbki oraz tryb pracy mikroskopu SPM warunkują wybór odpowiedniej sondy i stosownego uchwyty sond. Na przykład, jeśli podczas pomiaru stosowany jest tryb kontaktowy AFM, to zwykle wybiera się sondę z azotku krzemu [*ang. Silicon Nitride Probe*] zamontowaną w uchwycie standardowym. Jeśli podczas pomiaru próbki biologicznej w cieczy stosowany jest tryb TappingMode, to stosuje się specjalną celkę cieczową. Tryb STM wykorzystuje charakterystyczny uchwyt, wyposażony w mały otworek, przystosowany do mocowania igieł przewodzących. Przykłady różnych rodzajów uchwyty sond przedstawiono poniżej na zdjęciu.



#### 4. Sondy

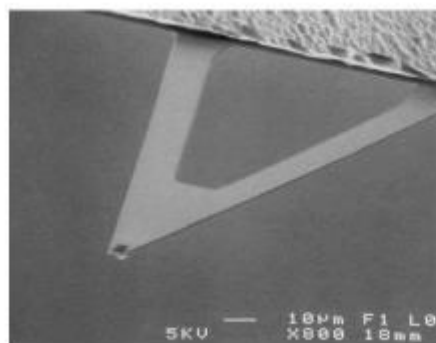
Sondy dostępne są w różnych rozmiarach, kształtach oraz wykonane są z różnych materiałów. Dobiera się je w zależności od rodzaju trybu obrazowania.

##### Przewodzące igły

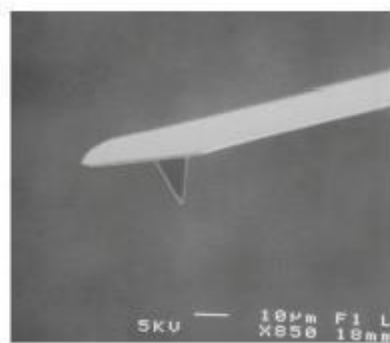
Sondy STM składają się zwykle z kawałka drutu, przyciętego i/lub wytrawionego w celu otrzymania ostrej końcówki o rozmiarach atomowych, na jednym z końców. Zazwyczaj są one wytwarzane z przewodów wolframowych lub ze stopu platynoirydu. Wytworzone pole potencjalne powoduje przepływ elektronów pomiędzy końcówką igły, a powierzchnią próbki. Podobnego typu sond igłowych używa się w litografii. Składają się one ze zwykłych końcówek wolframowych do STM i/lub igły z drobnym diamentem osadzonym na jednym z końców. Sond litograficznych używa się do mechanicznych uszkodzeń powierzchni próbki w postaci kontrolowanych nakłóc i zarysowań. Sonda służy wtedy jako wgłębnik i może być używana do badania mikrotwardości powierzchni, tworzenia wzorów wytrawień lub badania charakterystyki materiału.

##### Sondy z końcówkami skanującym na dźwigience

Większość badań SPM wykonuje się używając sond z końcówką przymocowaną do dźwigienki (zwaną czasem mikrobekką). Składają się one z elastycznego ramienia rozciągającego się od sztywnego podłoża, na którym wytrawiona jest skanująca końcówka. W trybie kontaktowym AFM, elastyczna mikrobekka z sondą zachowuje się jak śruba nanometryczna, umożliwiając końcówce pomiar sił reakcji powierzchni próbki. W trybie *TappingMode*, sonda oscyluje pionowo zgodnie z częstotliwością rezonansową przy jednoczesnym pomiarze amplitudy i fazy.



Sondy z azotku krzemu



Sondy trawione w krzemie

### **Sondy z końcówką skanującą wytrawioną na dźwigience – sondy z azotku krzemu (NP – ang. *Nitride Probe*)**

Większość badań w trybie kontaktowym AFM wykonuje się używając końcówek z azotkiem krzemu (*silicon nitride probes*). Końcówki te cechują się znakomitą elastycznością, co ułatwia ich używanie, oraz są mniej wrażliwe na błędy niż sondy sztywniejsze. Oferowane są w różnych rozmiarach i napyłone warstwami wykonanych z różnych materiałów, umożliwiając użytkownikowi ich odpowiednie dopasowanie do obrazowanej próbki. Jedną z charakterystycznych cech końcówek z azotku krzemu jest to, że są one łatwo wychwytywane przez właściwości (włoskowate) napięcia powierzchniowego próbki; tj. zamykane (pułapkowane) w mikroskopijnej warstwie skondensowanej pary wodnej na powierzchni próbki pod ciśnieniem atmosferycznym. Efekt napięcia powierzchniowego wywiera znaczącą siłę na atomowej wielkości zaostrzoną końcówkę sondy. Chociaż może to nie nastęrczać problemów na twardych powierzchniach, to często wystarcza do zdeformowania miękkich próbek. Regulacja **Wartości parametru „Setpoint”** może skompensować znaczną część tej siły; niemniej jednak może w dalszym ciągu prowadzić do uszkodzenia miękkich próbek. Końcówki z azotku krzemu mogą być również używane w trybie TappingMode, mimo, iż nie są one optymalne do tego celu.

### **Sondy z końcówką skanującą trawioną na dźwigience – Tryb TappingMode**

Odpowiedzią firmy Veeco na zminimalizowanie sił kontaktu AFM jest tryb TappingMode – opatentowany tryb pracy SPM. W tym przypadku, sztywna sonda z krzemu krystalicznego (*crystal silicon*) poddawana jest oscylacjom o częstotliwości rezonansowej. Jako, że końcówkę cechuje wysoka częstotliwość (np. ponad 100 kHz) drgań własnych, posiada ona wystarczającą energię do uwolnienia się spod sił napięcia powierzchniowego. Sonda ta jest znacznie sztywniejsza niż wykonana z azotku krzemu (NP), co czyni ją bardziej łamliwą i bardziej wrażliwą na błędy. Tym samym, operator musi być bardziej ostrożny podczas przygotowywania końcówki sondy i próbki.

### **Sondy z końcówką skanującą trawioną na dźwigience – MFM [Mikroskopia Sił Magnetycznych]**

Odmianą sondy z krzemu krystalicznego jest sonda MFM. Zasadniczo jest to sonda trybu TappingMode, posiadająca na końcówce powłokę magnetyczną. Gdy namagnesowana końcówka oscyluje, w obrębie pól magnetycznych na powierzchni próbki, następuje

modulacja fazy i częstotliwości drgań belki. Parametry te są monitorowane umożliwiając pomiar siły pola magnetycznego oraz obrazy domen magnetycznych.

### **Sondy mocowane na dźwigience – EFM [Mikroskopia Sił elektrostatycznych]**

Podobnie do trybu MFM (patrz wyżej), tryb EFM również jest realizowany przy użyciu sond specjalnego typu. Końcówki EFM posiadają ładunek elektryczny, umożliwiając mapowanie pól potencjalnych powierzchni próbki. Technika EFM pozwala na stworzenie mapy domen elektrycznych próbki.

### **Sondy Specjalne**

Wraz z gwałtownym rozwojem dziedziny SPM nieustannie wprowadzane są nowe sondy. Poniżej przedstawiono kilka przykładów sond specjalnych:

- Skaningowa mikroskopia pojemnościowa (SCM) — Końcówki działają jak antena radiowa umożliwiając pomiar lokalnych zmian pojemności powierzchni. W technice SCM mogą być stosowane sondy MFM.
- Sondy z dodatkiem środków chemicznych – sondy z dodatkiem związków chemicznych mogą być wykorzystywane np. do badania siły wiązań chemicznych, obrazowania receptorów wiązań chemicznych membran komórek biologicznych, etc.
- Obrazowanie termiczne – W tym przypadku końcówka skanująca zbudowana jest z małego termoelementu służącego do podgrzewania skanowanej powierzchni.
- Zogniskowana wiązka jonowa (FIB) — Końcówki trybu TappingMode o długości do 6  $\mu\text{m}$  wytrawione z krzemu krystalicznego przy użyciu zogniskowanej wiązki jonów (FIB). Udoskonalony współczynnik kształtu daje im lepszą rozdzielczość kątową na stromych ściankach bocznych.

## **5. Mechanizmy sterujące pracą pętli sprzężenia zwrotnego**

W celu wytwarzania wysokiej jakości obrazów, SPM musi posiadać możliwość kontrolowania z dużą dokładnością wzajemnego oddziaływania między końcówką sondy a próbką. Jest to możliwe poprzez zastosowanie elektronicznej pętli sprzężenia zwrotnego, która utrzymuje działające między sondą, a próbką siły na określonym przez użytkownika poziomie **Wartości zadanej** (ang. „*set point*”). Pomimo tego, że przetwarzane sygnały

zmieniają się w zależności od zastosowanej techniki SPM, pętla sprzężenia zwrotnego zasadniczo pełni tę samą rolę.

### **5.1. Przegląd mechanizmów odpowiedzialnych za kontrolę pracy mikroskopu SPM**

MMSPM korzysta z tzw. „dźwigni optycznej” w celu badania dostępnej przestrzeni między sondą, a powierzchnią mierzonej próbki. Wiązka lasera, odbita od powierzchni mikrobelki, trafia na matrycę fotodetektora. Względnie długi odcinek, który musi przebyć wiązka światła laserowego od mikrobelki do detektora stanowi ramię dźwigni optycznej. Niewielkie zmiany położenia belki, powodują wzmocnienie zmian położenia wiązki światła laserowego na detektorze. Podczas pomiaru, mikrobelka reaguje na zmiany w topografii powierzchni (odchylając się mniej lub bardziej w trybie kontaktowym bądź zmieniając amplitudę oscylacji lub fazę w trybie *TappingMode AFM*). Proces przygotowania do pomiaru charakteryzuje się ustaleniem położenia wiązki bądź specyfiki oscylacji przy wykorzystaniu specjalnego punktu ustalenia – tzw. „*setpoint*” – określanego przez użytkownika. Podczas pomiaru położenie wiązki lub jej oscylacja mogą się zmieniać wraz z elementami powierzchni. Każde odchylenie wiązki od punktu „*setpoint*” powoduje wygenerowanie, tzw. sygnału błędu. Sygnał ten podlega autokorekcji w wyniku pracy pętli sprzężenia zwrotnego.

### **WYKONANIE ĆWICZENIA**

Obrazowanie powierzchni próbek wykonać za pomocą mikroskopu sił atomowych (AFM) techniką QNM. Na podstawie zmian lokalnej wartości modułu Younga fragmentów powierzchni próbki zaobserwować sztywne obszary, które odpowiadają obecności napelniaczy oraz obszary o mniejszej sztywności związane z osnową polimerową. Na podstawie uzyskanych zdjęć oszacować stopień homogenizacji napelniacza na powierzchni matrycy polimerowej i rozmiarów jego cząstek.

Badania wykonać przy użyciu mikroskopu NanoScope V firmy Bruker, stosując igłę skanującą, RTESPA o częstotliwości rezonansowej 270 kHz. Szybkość skanowania 1 kHz i rozdzielczość 256 linii, a następnie analizowane przy użyciu oprogramowania Nanoscope Analysis.

## Wykonanie pomiarów

W trakcie ćwiczenia zostaną wykonane zdjęcia powierzchni wybranych próbek nanokompozytów epoksydowych oraz nanokompozytów termoplastycznych z dodatkiem modyfikowanych glinokrzemianów z wykorzystaniem trybu QNM. Pomiar obejmuje:

- 1) przygotowanie próbki do pomiaru,
- 2) zamontowanie próbki w aparacie,
- 3) ustawienie parametrów pomiaru,
- 4) wykonanie pomiaru.

## Opracowanie wyników

Wyniki pomiarów opracowane będą przy pomocy oprogramowania.

Sprawozdanie z przeprowadzonych ćwiczeń powinno zawierać:

- rodzaj aparatury wykorzystanej w ćwiczeniu,
- warunki pomiarów,
- opracowanie wyników,
- analizę i omówienie wyników.

## Zagadnienia do kolokwium:

1. Metody obrazowania struktury nanomateriałów.
2. Zasada pomiaru w mikroskopii AFM.
3. Budowa mikroskopu AFM.
4. Interpretacja danych doświadczalnych.
5. Zasada pomiaru w dyfraktometrii rentgenowskiej (WAXS, SAXS).
6. Zastosowanie metody SAXS do charakterystyki właściwości materiałów polimerowych.
7. Zastosowanie metody SAXS i WAXS do charakterystyki glinokrzemianów oraz nanokompozytów z ich dodatkiem.
8. Interpretacja danych doświadczalnych – dyfraktogramów polimerów.

## Literatura

1. K. Kurzydłowski i M. Lewandowska, *"Nanomateriały inżynierskie konstrukcyjne i funkcjonalne"*, PWN, Warszawa 2010