



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

**POVRCHOVÁ TOPOGRAFIE PLAZMOVÝCH POLYMERŮ
NANESENÝCH NA ROVINNÝCH A VLÁKNOVÝCH
SUBSTRÁTECH ZKOUMANÁ POMOCÍ MIKROSKOPIE
ATOMÁRNÍ SÍLY**

SURFACE TOPOGRAPHY OF PLASMA POLYMERS DEPOSITED ON FLAT AND FIBROUS SUBSTRATES
EXAMINED BY ATOMIC FORCE MICROSCOPY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Yuriy Kurakin

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.

BRNO 2016



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno

Zadání bakalářské práce

Číslo bakalářské práce: **FCH-BAK0950/2015** Akademický rok: **2015/2016**
Ústav: Ústav chemie materiálů
Student(ka): **Yuriy Kurakin**
Studijní program: Chemie a chemické technologie (B2801)
Studijní obor: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808R016)
Vedoucí práce **prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.**
Konzultanti:

Název bakalářské práce:

Povrchová topografie plazmových polymerů nanesených na rovinných a vláknových substrátech zkoumaná pomocí mikroskopie atomární síly

Zadání bakalářské práce:

- Literární rešerše z oblasti plazmochemické depozice z plynné fáze a mikroskopie atomární síly (AFM).
- Praktické zvládnutí AFM a měření povrchové topografie.
- Charakterizace povrchové topografie pro vybrané vzorky plazmových polymerů na rovinných a vláknových substrátech.
- Posouzení povrchové topografie ve vztahu k depozičním podmínkám.

Termín odevzdání bakalářské práce: 20.5.2016

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu bakalářské práce. Toto zadání je přílohou bakalářské práce.

Yuriy Kurakin
Student(ka)

prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 31.1.2016

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá charakterizací morfologie tenkých vrstev plazmových polymerů, které byly připraveny z monomeru tetravinylsilanu a nanесeny na plošné křemíkové substráty a skleněná vlákna typu E. Způsobem přípravy tenkých vrstev byla chemická depozice z plynné fáze (PE CVD). K charakterizaci morfologie povrchu byla použita metoda mikroskopie atomárních sil (AFM), pro kterou byla zpracována literární rešerše v teoretické části této práce. Ze získaných dat byla posouzena závislost povrchové topografie ve vztahu k depozičním podmínkám a velikostí zkoumané plochy a rovněž byly navrženy způsoby jejich interpretace pro účely následné statistické analýzy.

ABSTARCT

This bachelor thesis deals with the characterization of the morphology of thin films of plasma polymers, which were prepared from the monomer tetravinylsilane and deposited on planar silicon substrates and type E glass fibers. Plasma enhanced chemical vapor deposition (PE CVD) has been used as a method of thin films preparations. Characterization of the surface morphology was made by using atomic force microscopy (AFM), for which was prepared literature review at the theoretical part of this bachelor thesis. The collected data have been used for estimating dependence of surface topography in relation to the deposition conditions and the size of investigated area. Also have been suggested methods of the data interpretation for purposes of subsequent statistical analysis.

KLÍČOVÁ SLOVA

Tenké vrstvy, plazmové polymery, PE CVD, mikroskopie atomárních sil (AFM).

KEYWORDS

Thin films, plasma polymers, PE CVD, atomic force microscopy (AFM).

KURAKIN, Y. *Povrchová topografie plazmových polymerů nanesených na rovinných a vláknových substrátech zkoumaná pomocí mikroskopie atomární síly*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2016. 34 s. Vedoucí bakalářské práce prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího bakalářské práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

PODĚKOVÁNÍ

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu bakalářské práce prof. RNDr. Vladimíru Čechovi, Ph.D. za odborné vedení, za pomoc a rady při zpracování této práce včetně pomoci při hledání odborné literatury a gramatické kontroly psaní textu. Děkuji také Tomáši Plichtovi, Bc. za spolupráci a zaučení při měření morfologie povrchu za využití AFM a Ing. Martinu Bráneckému za přípravu vzorků.

Práce byla podpořena projekty TA01010796 (TAČR) a 16-09161S (GAČR).

OBSAH

OBSAH	5
1. ÚVOD	6
2. TEORETICKÁ ČÁST	7
2.1. Tenké vrstvy	7
2.2. Polymerace v plazmatu	8
2.2.1. Plazma	8
2.2.2. Plazmové polymery	9
2.2.3. Mechanismus plazmové polymerace	9
2.3. Mikroskopie atomárních sil (AFM).....	11
2.3.1. Pracovní princip SPM	11
2.3.2. Princip AFM.....	12
2.3.3. Instrumentace	14
2.3.4. Režimy měření	15
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	17
3.1. Popis vzorků pro analýzu	17
3.1.1. Použité materiály pro přípravu tenkých vrstev.....	17
3.1.2. Použité substráty.....	17
3.2. Popis technologického zařízení pro depozici	17
3.3. Analýza tenkých vrstev pomocí AFM.....	18
3.3.1. Popis aparatury a jeho komponent	18
3.3.2. Popis ovládacího softwaru Nova	20
4. VÝSLEDKY A DISKUZE	21
4.1. Tenké vrstvy připravené v kontinuálním režimu plazmového výboje	21
4.2. Morfologie povrchu plazmaticky upravených plošných substrátů.....	21
4.3. Morfologie povrchu plazmaticky upravených a neupravených skleněných vláken	27
4.3.1. Analýza plazmaticky upravených vláken	27
4.3.2. Analýza neupravených vláken.....	29
5. ZÁVĚR.....	32
6. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	33
7. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ.....	34

1. ÚVOD

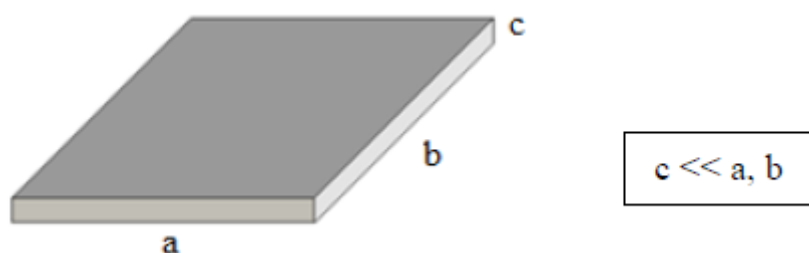
Zkoumání fyzikálních vlastností hmoty mělo velký pokrok posledních sto let. Jeho důsledkem je současné rozdělení příslušné vědy do velké skupiny jednotlivých odvětví, které jsou obvyklé velice odlišné od sebe. Tyto odvětví se liší konkrétní studovanou oblastí, metodou zkoumání atd. Samostatnou a významnou odvětví, která se vyvíjela v poslední době, je fyzika tenkých vrstev [1]. Plazmová polymerace je perspektivní technologií pro přípravu funkčních materiálů ve formě tenkých a ultratenkých vrstev s řízenými fyzikálně-chemickými vlastnostmi. Tato technologie umožňuje depozici souvislé homogenní vrstvy o tloušťce od několika nanometrů (10^{-9} m) do několika mikrometrů (10^{-6} m) na rovinné podložky. Podložkou může být sklo, křemíková deska, kov, polymer, keramika nebo kompozitní materiál. Vrstva plazmového polymeru může být rovněž úspěšně nanášena na vlákna a částice. Nízkoteplotní neizotermické plazma může být využito jako citlivý, ale významný nástroj pro povrchové úpravy vláken, aniž by došlo ke zhoršení mechanických vlastností vláken. Je prokázáno, že tenká vrstva na povrchu vlákna zvyšuje jeho pevnost a zamezí rychlé degradaci, které by podlehló vlákno povrchově neupravené.

2. TEORETICKÁ ČÁST

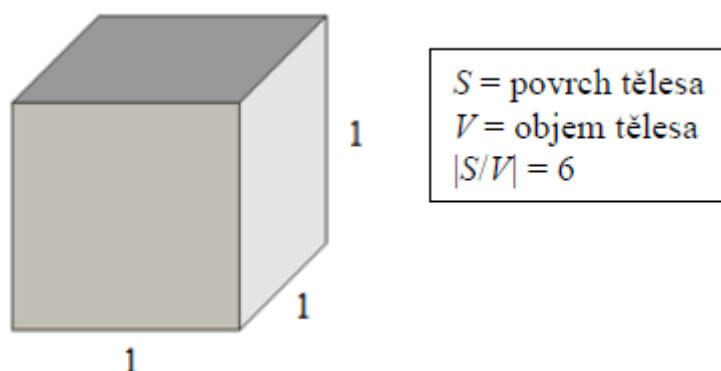
2.1. Tenké vrstvy

Pozoruhodné vlastností tenkých vrstev byly poprvé studovány fyziky ve druhé polovině sedmnáctého století. Předmětem jejich pozornosti byly optické vlastnosti tenkých vrstev, především interferenční barvy, které jsou často pozorovány například na tenké vrstvě oleje, rozlitého na vodě nebo na mokré dlažbě.

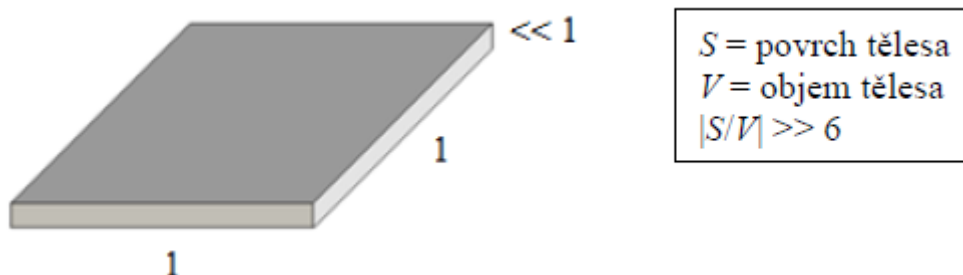
Vrstvu lze definovat podle geologické terminologie jako deskovité těleso, jehož rozměr v jedné ose je podstatně menší, než rozměry ve zbývajících osách.



Oproti vrstvě definujeme kompaktní těleso – v angličtině označované jako „bulk“. Fyzikální vlastností kompaktního tělesa se vztahují k jednotce objemu. Příkladem mohou být takové veličiny jako hustota [$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$] nebo koncentrace [$\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$].



V případě posuzování velmi tenké vrstvy některé látky, nastává situace, při které oba povrchy jsou tak blízko sebe, že jejich vliv může mít rozhodující význam na fyzikální vlastnosti vrstvy, které se mohou výrazně lišit oproti kompaktnímu tělesu ze stejné látky.



Zmenšením vzdálenosti mezi plochami dojde k jejím vzájemným interakcím, což následkem vede ke vzniku zcela nových jevů. Dalším zmenšováním jednoho rozměru vrstvy do velikosti jen několika atomárních vrstev vytváří jakýsi prostřední systém mezi makrosystémem a systémem molekulárních rozměru, tudíž dává příležitost zkoumání mikrofyzikálních jevů různých procesů. Není možné přesně stanovit limitní tloušťku vrstvy, při které tu vrstvu se dá považovat za „tenkou“. Obecně dá se říct, že ta limita je charakterizovaná tím, že po její přeskočení se vyvolává určité anomálie u různých fyzikálních vlastností, přičemž limitní tloušťka pro každou fyzikální vlastnost se obecně liší. V praxi se setkáváme s tenkými vrstvami, jejichž tloušťka má rozměry od jednoho nm do několika μm .

Tenké vrstvy vykazují pozoruhodné optické, elektrické a jiné vlastnosti, mohou mít značný vliv na procesy vyskytující na vrstvách a mezivrstvách a jsou to: koroze, tření atd. [1].

2.2. Polymerace v plazmatu

Plazmová polymerace je proces tvorby tenkých vrstev, při kterém tenká vrstva je přímo deponovaná na povrch substrátu bez dalšího zpracování. Během tohoto procesu se realizuje růst makromolekulárních molekul z nízkomolekulárních monomerů působením plazmatické energie aktivovaných elektronů, iontů a radikálů. Z chemického hlediska, polymerace v plazmatu se liší od konvenčních způsobů polymerace: radikálové a iontové. U radikálové polymerace dochází k propagačnímu růstu makromolekul adicí monomerů na aktivní centra na koncích polymerních řetězců, obsahujících nespárovaný elektron. U iontové polymerace aktivním centrem je elektricky nabitý konec polymerního řetězce. Tady se musí zdůraznit, že pojmy *radikálový* a *iontový* označují typ propagačních polymerních řetězců v polymerizačním kroku. V případě plazmové polymerace pojem *plazmový* znamená to, že zdrojem energie pro iniciaci polymerizační reakci je plazma. Tudíž pojmy *radikálové* nebo *iontové* polymerace ukazují přímo na chemickou podstatu těchto reakcí, zatímco *plazmová* polymerace je označením technologického postupu. Unikátnost plazmových polymerů vyplývá z reakčního mechanismu polymerizačního procesu [2].

2.2.1. Plazma

Plazma se skládá ze směsi elektronů, negativně a pozitivně nabitých částic, a taky neutrálních atomů a molekul. Přírozený výskyt plazmatu při vysokých teplotách je důvodem jeho označení jako „čtvrté skupenství hmoty“, při kterém hmota má extrémně vysokou hladinu energii v porovnání s pevným, kapalným a plynným stavem. Obecně platí, že plazma je nejčastěji se vyskytující stav hmoty ve vesmíru. Na druhé straně naše setkání s plazmou v každodenním životě je omezeno na několik málo případů: úder blesku, jemný svit polární záře, vodivý plyn v zářivkách či neonových reklamách a nepatrné množství ionizovaného plynu proudícího z trysek raket [2], [3].

Důvod, proč se plazma přirozeně nevyskytuje v běžném životě, lze odvodit ze Sahovy rovnice, udávající stupeň ionizace, který můžeme očekávat v plynu v tepelné rovnováze

$$\frac{n_i}{n_n} \approx 2,4 \times 10^{21} \frac{T^{3/2}}{n_i} e^{-U_i / KT}, \quad (1)$$

Zde n_i a n_n jsou hustoty (počet částic v m^3) ionizovaných a neutrálních atomů, T je teplota plynu v K, K je Boltzmannova konstanta a U_i je ionizační energie plynu.

Zvyšujeme-li teplotu, stupeň ionizace zůstává nízký, dokud se U_i nestane pouze nevelkým násobkem KT . Potom n_i/n_n příkře stoupá a plyn je v plazmatickém stavu. Dalším vzrůstem teploty se n_n

stává menším, než n_i a plazma se konečně stává plně ionizovaná. Proto plazma existuje v kosmických tělesech s teplotami miliónů stupňů, ale nikoliv na Zemi [3].

K dosažení plazmatického stavu je potřeba dodávat energii pro ionizaci atomům a molekulám z vnějšího energetického zdroje. Nejčastěji se jako energetický zdroj používá elektrická energie kvůli snadnému ovládní. Navíc, je potřeba zajistit velmi malý tlak blízký vakuu ($1 \cdot 10^{-2}$ torr). Z toho vyplývá, že k dosažení a udržování plazmatického stavu je nutně zajistit tři následující aparatury: energetický zdroj pro ionizaci, vakuový systém pro zachování plazmatického stavu a reakční komora [2].

2.2.2. Plazmové polymery

Vysokomolekulární látky, tvořeny při plazmatických podmínkách byly poprvé pozorovány ještě na začátku devatenáctého století. Produkty olejovité konzistence nebo vypadající jako polymerní produkt, které se vylučovaly na povrchu elektrod a stěnách skleněných trubek, byly považovány jako těžko odstranitelný neužitečný materiál [2].

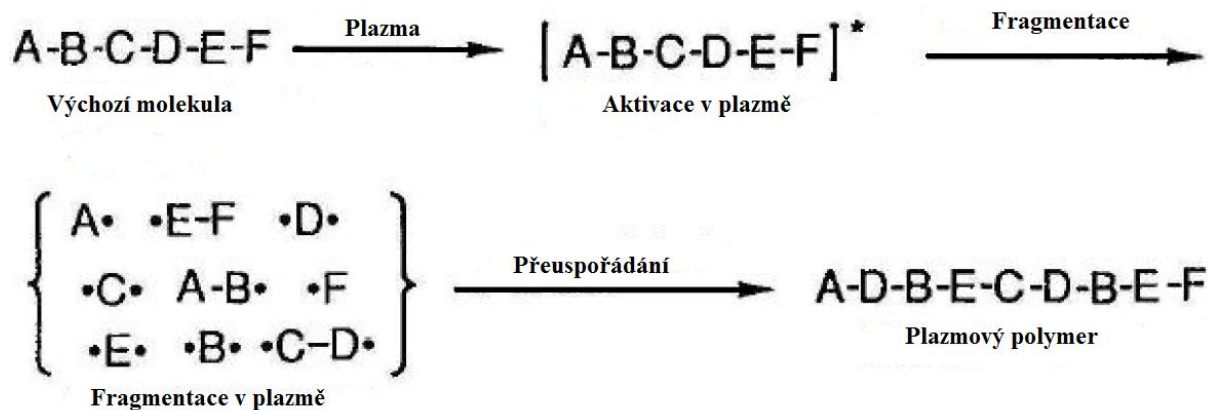
V mnohých případech, polymery tvořeny polymerací v plazmatu vykazují odlišné chemické složení, chemické a fyzikální vlastnosti v porovnání s polymery, které byly připraveny konvekčním způsobem polymerace. Velmi důležitými charakteristikami plazmových polymerů jsou považovány vynikající adheze k substrátovým materiálům a silná odolnost vůči různým chemikáliím. Polymery, tvořeny plazmatickou polymerací, jsou ve většině případů vysoce rozvětvené a zesíťované [2], [4].

Abychom si uvědomili jedinečnost plazmové polymerace, musíme si navzájem porovnat nezbytné kroky přípravy tenkých vrstev konvekčním a plazmovým způsobem. Pro nanesení tenké vrstvy na substrát je potřeba provést další dílčí kroky: 1. syntéza monomeru, 2. polymerizace monomeru za vzniku polymeru, 3. příprava roztoku polymeru pro nanášení na vrstvu, 4. čištění a ošetření povrchu substrátu, 5. nanesení vrstvy na substrát, 6. sušení tenké vrstvy a 7. ošetření tenké vrstvy.

Proces výroby tenkých vrstev plazmatickou polymerací se liší nahrazením veškerých uvedených funkčních kroků v podstatě jednokrokovým procesem, pro jehož realizaci je nezbytný plyn relativně jednoduchého složení, který často není považován jako monomer pro polymeraci [4].

2.2.3. Mechanismus plazmové polymerace

Pro plazmovou polymeraci je charakteristický koncept zvaný *atomová* polymerace. Jeho podstatou je proces schematicky znázorněny na *Obr. 1*, při kterém monomerní molekuly v plazmatu získávají vysokou energii od elektronů, iontů a radikálů a jsou dále fragmentovány do aktivovaných malých fragmentů, v některých případech do jednotlivých atomů. Tyto fragmenty se rekombinují, někdy doprovázející přeuspořádání, a pak se zúčastňují růstu makromolekul v plynné fázi nebo na povrchu substrátu. Opakování aktivace, fragmentace a rekombinace vede ke tvorbě polymeru.

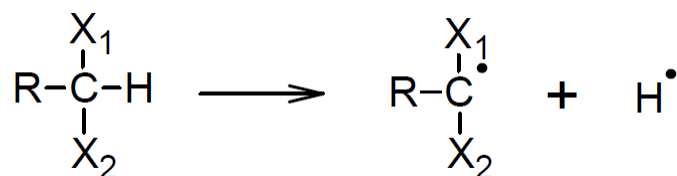


Obrázek 1: Schematické znázornění plasmatické polymerace [2].

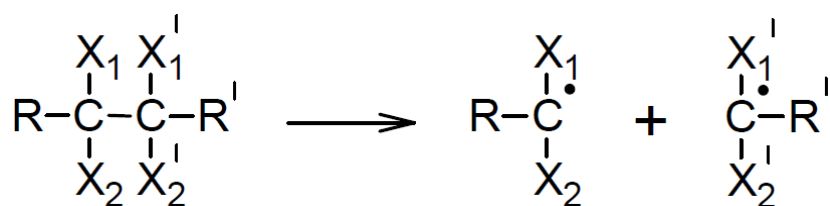
Způsob, jakým bude výchozí molekula fragmentována za vzniku aktivovaných fragmentů, je závislý na energetické úrovni plazmatu a charakteru původních molekul. To vysvětluje, proč plazmové polymery vykazují rozdílné chemické složení, jestliže proces plazmové polymerace se provádí při různých podmínkách, jako je rychlost průtoku monomerů, výkon generátoru, tlak v reakční komoře, i v případě, že stejné výchozí molekuly byly použity pro polymeraci.

Fragmentace výchozí molekuly v plazmatu je zastoupena dvěma typy reakcí: eliminace atomu vodíku a štěpení vazby C-C.

1. Eliminace vodíku:

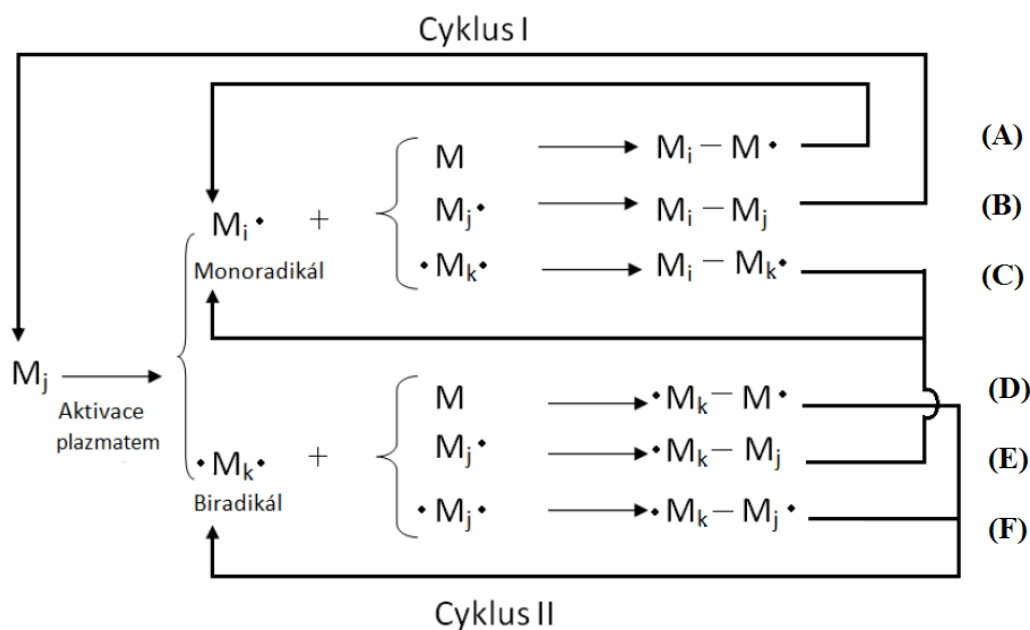


2. Štěpení vazby C-C:



Eliminace vodíku velmi významně přispívá ke tvorbě polymeru během polymerace. Plynná fáze v uzavřeném systému po plazmové polymeraci uhlovodíku (stupeň přeměny 85-99%) byla převážně složená z vodíku. Množství vodíku eliminované plazmatem se zvyšuje s počtem atomů vodíku ve výchozích molekulách uhlovodíků [4]. Tudíž je pravděpodobně, že atomy vodíku jsou eliminovány vlivem plazmatu z molekul monomerů za současné tvorby monoradikálů ($M_i \cdot$) a biradikálů ($\cdot M_k$), které se pak adují na monomer a následnou rekombinací dvou radikálů se získávají větší molekuly s nespárovaným elektronem na konci řetězce nebo bez něho. Tady a nadále použité symboly i, j a k označují rozdílné velikosti částic.

Podrobný mechanismus plazmové polymerace jako procesu tvorby plazmových polymerů lze schematicky znázornit (Obr. 2) a zapsat do dvou cyklů:



Obrázek 2: Celkový schematický mechanismus polymerace v plazmatu [2].

Cyklus I: Adicí monoradikálu $M_i \cdot$ na monomer M se tvoří molekuly nového radikálu $M_i - M \cdot$ [reakce (A)]. Monoradikál $M_i \cdot$ se taky může rekombinovat s monoradikálem $M_j \cdot$ za vzniku neradikálu $M_i - M_j$ [reakce (B)] nebo s biradikálem $\cdot M_k \cdot$ za tvorby nového monoradikálu $M_i - M_k \cdot$ [reakce (C) a (E)]. Adicí biradikálu $\cdot M_k \cdot$ na monomer M vzniká biradikál $\cdot M_k - M \cdot$ [reakce (D)]. Biradikál $\cdot M_k \cdot$ se rekombinuje s biradikálem $\cdot M_j \cdot$ za tvorby biradikálu $\cdot M_k - M_j \cdot$ [reakce (F)]. Nový neradikál $M_i - M_j$ znovu se aktivuje v plazmatu a poskytuje další mono- a biradikály.

Cyklus II: Nově vzniklé monoradikály $M_i - M_k \cdot$ a biradikály $\cdot M_k - M_j \cdot$ se dále rekombinují a tvoří větší radikály [2].

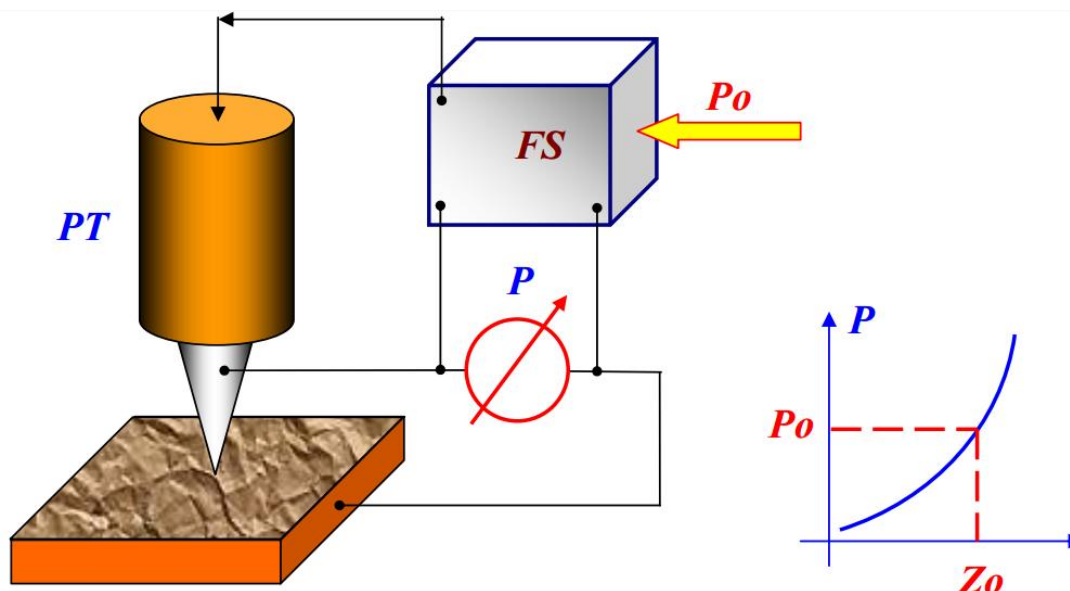
2.3. Mikroskopie atomárních sil (AFM)

Mikroskopie atomárních sil (Atomic Force Microscopy – AFM) je jedna z technik, které patří mezi techniky skenovací sondové mikroskopie (Scanning Probe Microscopy – SPM). Metody SPM umožňují studium morfologie a lokálních vlastností povrchu tuhého tělesa s vysokým prostorovým rozlišením. Studium se realizuje pomocí hrotu, na základě jehož interakce s povrchem je založen princip SPM. Různé metody SPM vyhodnocují různé typy interakcí. Existuje několik typu interakcí, které jsou analyzovány různými metodami SPM [5].

2.3.1. Pracovní princip SPM

AFM má charakteristické rysy, které jsou společné pro ostatní sondové skenovací techniky. Analýza povrchového mikro reliéfu a jeho lokálních vlastností (např.: mechanických, elektrických, magnetických, optických a jiných) je realizována pomocí sondových mikroskopů za využití speciálních hrotů ve tvaru jehly. Rozměry pracovní části takových hrotů jsou obvykle kolem deseti nanometrů. Běžná vzdálenost mezi hrotem a analyzovaným povrchem v sondové mikroskopii dosahuje 0,1-10 nanometrů.

Jestliže charakterizujeme interakci hrotu s analyzovaným povrchem pomocí nějakého parametru P , přičemž závislost tohoto parametru na vzdálenosti hrot-povrch $P = P(z)$ je dostatečně citlivá na změnu z a to jednoznačně, potom parametr P může být používán v systému zpětné vazby (feedback system – FS), který je schopen kontrolovat tuto vzdálenost. Blokové schéma systému zpětné vazby v SPM je znázorněno na Obr. 3.



Obrázek 3: Blokové schéma systému zpětné vazby v SPM [6].

Systém zpětné vazby umožňuje udržovat konstantní hodnotu parametru P , který je rovnocenný hodnotě parametru P_0 zadány operátorem. Jestli se mění vzdálenost hrot-povrch z , mění se i hodnota parametru P . Ve zpětnovazebném systému je rozdílový signál zesílen a použit pro piezoelektrický převodník (piezo transducer – PT), který kontroluje vzdálenost mezi hrotem a analyzovaným povrchem. Převodník používá signál ΔP pro změnu vzdálenosti, která se pak vrátí na původní pozici, odpovídající diferenciálnímu signálu, který je blízký nule. U existujících sondových mikroskopů přesnost regulace vzdálenosti mezi hrotem a analyzovaným povrchem dosahuje $\sim 0,01$ Å. Topografické vlastnosti analyzovaného povrchu způsobí změny interakčního parametru P v průběhu pohybu hrotu. Systém zpětné vazby vrátí přednastavenou hodnotu vzdálenosti mezi hrotem a povrchem (t. j. interakční parametr P_0) [5].

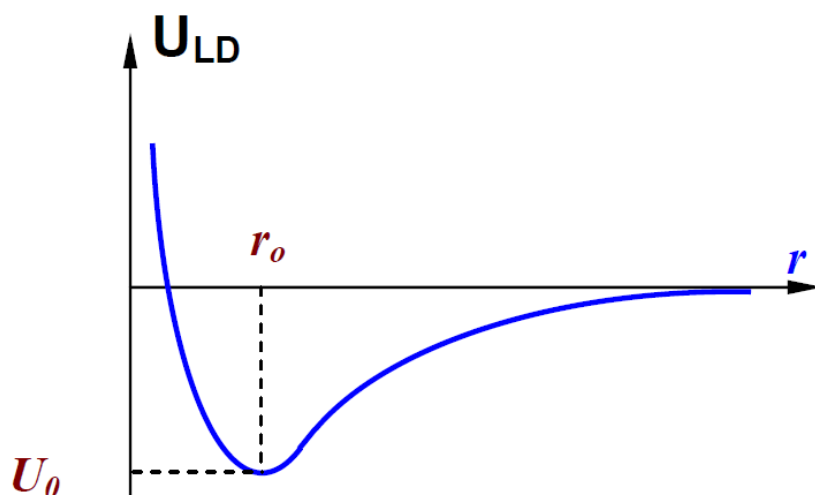
2.3.2. Princip AFM

Princip metody AFM je založený na měření elektrostatických přitažlivých (Van der Waalsovy síly) a odpuzivých sil mezi molekulami hrotu a povrchu zkoumaného materiálu. Pro registraci sílové interakci se používá speciální sondový snímač, který se skládá z raménka (elastické konzoly) s ostrým hrotem na konci. Síla, která působí na hrot ze strany povrchu, způsobuje ohýbání konzoly. Měřením prohnutí konzoly se vyhodnocují interakční síla mezi povrchem a hrotem.

Van der Waalsova potenciální energie dvou atomů, které jsou od sebe vzdáleny na délku r , je aproximována exponenciální funkcí – Lennard-Jonesovým potenciálem.

$$U_{LD}(r) = U_0 \left\{ -2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 + \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} \right\}, \quad (2)$$

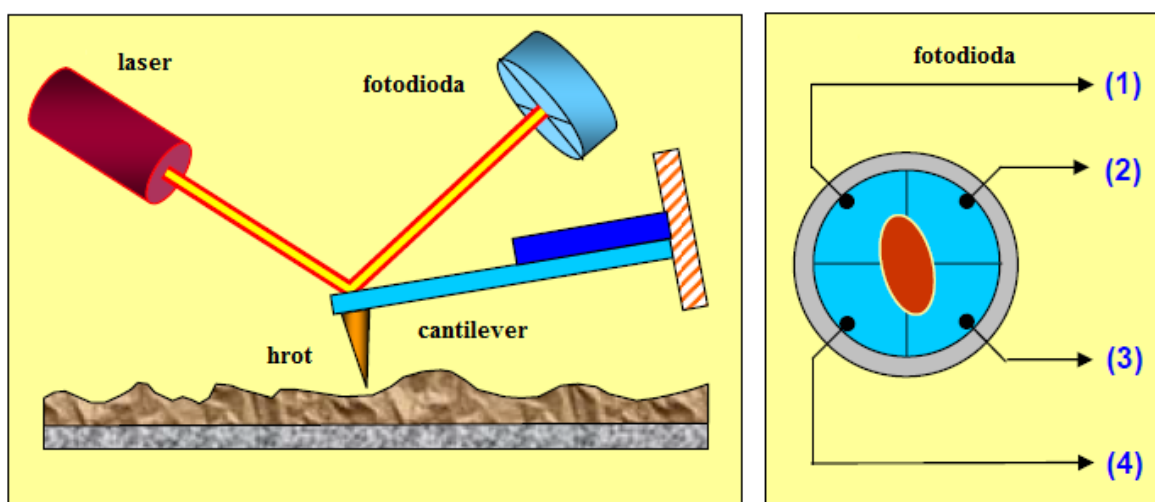
První složka součtu popisuje přitažlivost při velkých vzdálenostech, která je obvykle vyvolána interakcí typu dipól-dipól. Druhá složka bere v úvahu odpuzení při malých vzdálenostech, které je způsobené Pauliho vylučovacím principem. Parametr r_0 je rovnovážná vzdálenost mezi atomy odpovídající minimu energie. Graf, popisující závislost Lennard-Jonsova potenciálu na vzdálenosti atomů je znázorněny na Obr. 4.



Obrázek 4: Kvalitativní forma Lennard-Jonsova potenciálu [5].

Van der Waalsovy síly způsobují vychýlení elastické konzoly s hrotem. Konzola se přitahuje k povrchu vzorku při velkých vzdálenostech a odpuzuje se v případě vzdálenosti menší než rovnovážná vzdálenost mezi atomy, odpovídající minimu energie.

K indikaci vychýlení se používá optická metoda za pomoci laserového paprsku. Paprsek se odráží od konzoly a dopadá na čtyř-segmentovou fotodiodu, která je používána jako polohově citlivý fotodetektor. Ten fotodetektor je citlivý k vychýlení laserového paprsku ze středu fotodiody, které je způsobeno vychýlením konzoly. Detailní zobrazení optické metody je znázorněno na Obr. 5 [5].



Obrázek 5: Schematické znázornění optického systému pro detekci ohýbání cantileveru [5].

2.3.3. Instrumentace

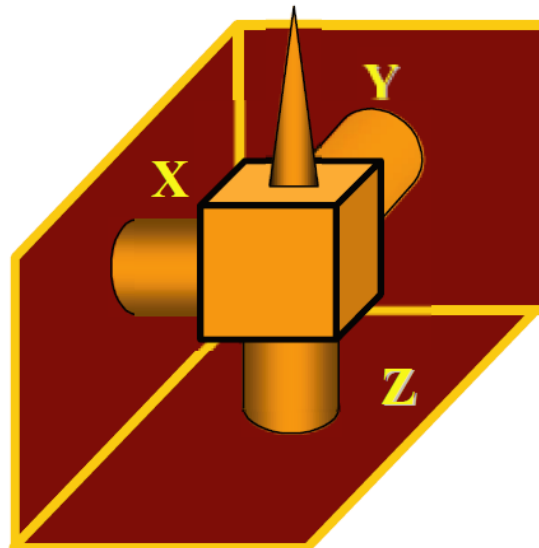
Pracovní vzdálenost mezi hrotem a analyzovaným povrchem je nutné regulovat s vysokou přesností. Takovou regulaci jsou schopny zajistit speciální převodníky, nebo skenovací prvky (skenery). Skenery, které se používají v AFM (společně i pro ostatní SPM techniky) jsou vyrobeny z piezoelektrických materiálů, které jsou schopny měnit svoje rozměry v závislosti na intenzitě vnějšího elektrického pole.

Trubkové piezoprvky (*Obr. 6*) jsou nejčastěji používané převodníky ve skenovací sondové mikroskopie. Tyto prvky umožňují získání vysokého rozpětí pohyblivosti s poměrně malou regulací napětí. Představují duté tenkostěnné válce s elektrodami (tenké metalické vrstvy), nanesené na vnější a vnitřní povrch trubky. Vlivem rozdílu potenciálů mezi elektrodami trubka je schopna se prodlužovat.



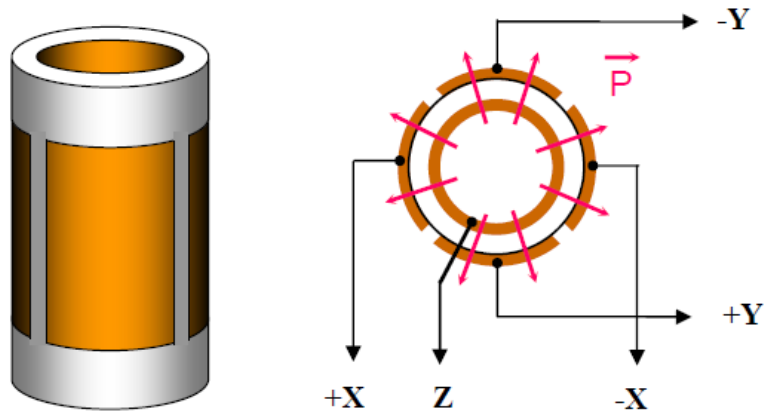
Obrázek 6: Schematické znázornění trubkového piezoprvku [5].

Kompletace tří trubek do jedné součástky umožňuje vyvolávat precizní přesun ve třech vzájemně kolmých směrech. Takový skenovací prvek se označuje tripod (*Obr. 7*).



Obrázek 7: Schematické znázornění tripodu [5].

Ve dnešní době ve skenovací sondové mikroskopii jsou nejvíce používány skenery, které jsou vyrobeny na základě jednoho trubkového piezoprvku. Celkový pohled trubkového skeneru a schéma umístění elektrod jsou zobrazeny na *Obr. 8*.



Obrázek 8: Schematické znázornění celkového pohledu trubkového skeneru a schéma umístění elektrod [5].

Vnitřní část tohoto prvku je představena jednotlivou elektrodou, když vnější část skeneru se skládá z rozdělené na čtyři sekce elektrody. Při aplikaci střídavého napětí na protější sekce vnější elektrody vzhledem k vnitřní elektrodě vzniká zkrácení části trubky v tomto místě, kde směr pole se shoduje se směrem polarizace. K prodloužení dojde v případě, když jsou tyto směry opačné. Tento děj vede k ohýbání trubky potřebným směrem v osách X a Y. Změnou potenciálu vnitřní elektrody vzhledem ke všem sekcím vnější elektrody vede k prodloužení nebo zkrácení trubky v ose Z. Takovýmto způsobem se uskuteční trojrozměrný pohyb skeneru na bázi jedné piezotrubky. Reální skenovací prvky mají více složitou konstrukci, ale jejich podstata je stejná [5].

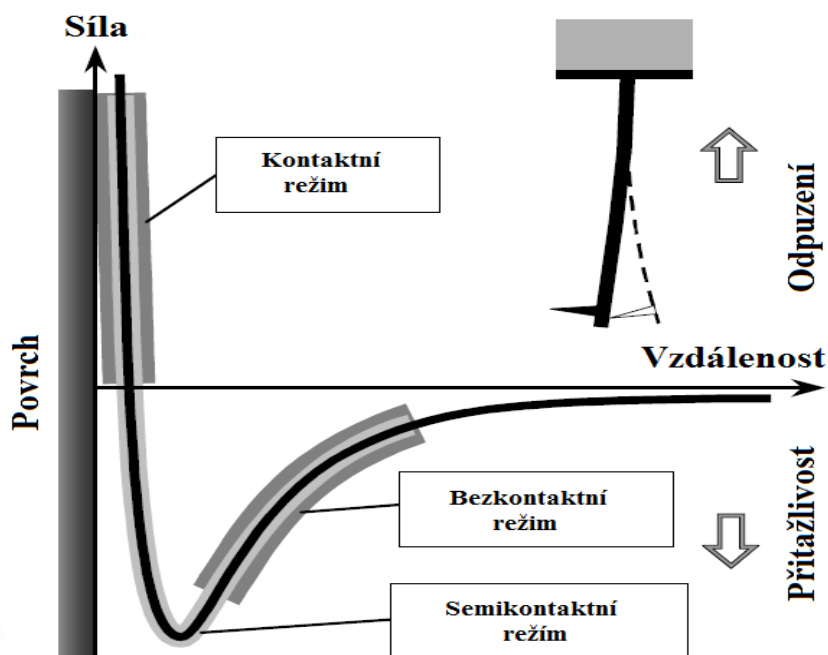
2.3.4. Režimy měření

Metody používané k získání topografických snímků můžou být podmíněně rozděleny do dvou tříd: kontaktní (kvazi-statické) a bezkontaktní (oscilační) režimy.

V kontaktním režimu špička hrotu je v přímém kontaktu s povrchem analyzovaného vzorku. Síla (tady přitažlivá či odpuzivá), která působí mezi atomy špičky a vzorku je vyvážena elastickou silou tvořenou odchylkou cantileveru. Cantilevery pro měření v kontaktním modu mají relativně malou tuhost, což umožňuje poskytnout vysokou citlivost a vyhnout se nežádoucího nadměrného působení sondy na vzorek.

Nedostatkem kontaktních AFM metod spočívá v tom, že přímé mechanické interakce sondy s povrchem často vede k poškození sond a změně přirozené topografie povrchu vzorku během skenování. Kromě toho, kontaktní metody jsou nevhodné pro analýzu povrchů, které mají malou mechanickou tuhost. Pro studium takových povrchů se používají oscilační AFM metody, které jsou založeny na registraci parametrů interakce oscilujícího se cantileveru s povrchem. Tyto metody dovolují podstatně snížit mechanický vliv sondy na povrch v průběhu skenování.

V bezkontaktním režimu cantilever provádí oscilace s malou amplitudou kolem 1 nm. Při přiblížení sondy k povrchu na cantilever začíná působit Van der Waalsova síla ze strany vzorku, která odpovídá oblasti vzdáleností, kde působí přitažlivé síly (Obr. 9) [5].



Obrázek 9: Znárodnění závislosti aplikovaných režimu měření na síle meziatomové interakce [6].

Registrace změn amplitudy a fází oscilací cantileveru v bezkontaktním režimu vyžaduje vysokou citlivost a stabilní práci zpětnovazebného systému. V praxi častěji se používá tak zvaný "semikontaktní" režim oscilace. Během měření v tomto režimu se uskuteční kmity v blízkosti rezonance s amplitudou kolem 10-100 nm. Cantilever se přivádí ke vzorku takovým způsobem, aby při přiblížení raménka k povrchu vzorku došlo pouze k jemnému kontaktu [5].

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1. Popis vzorků pro analýzu

3.1.1. Použité materiály pro přípravu tenkých vrstev

Monomer používaný pro polymeraci v plazmatu je tetravinylsilan (TVS) ve formě roztoku 97% čistoty, jehož dodavatelem je firma Sigma-Aldrich. Tento monomer se nejčastěji používá pro povrchovou úpravu skleněných vláken za účelem zlepšení mezifázové adheze u kompozitů na bázi polyesterové matrice díky velkému podílu vinylových funkčních skupin v připravených plazmatických polymerech [7].

3.1.2. Použité substráty

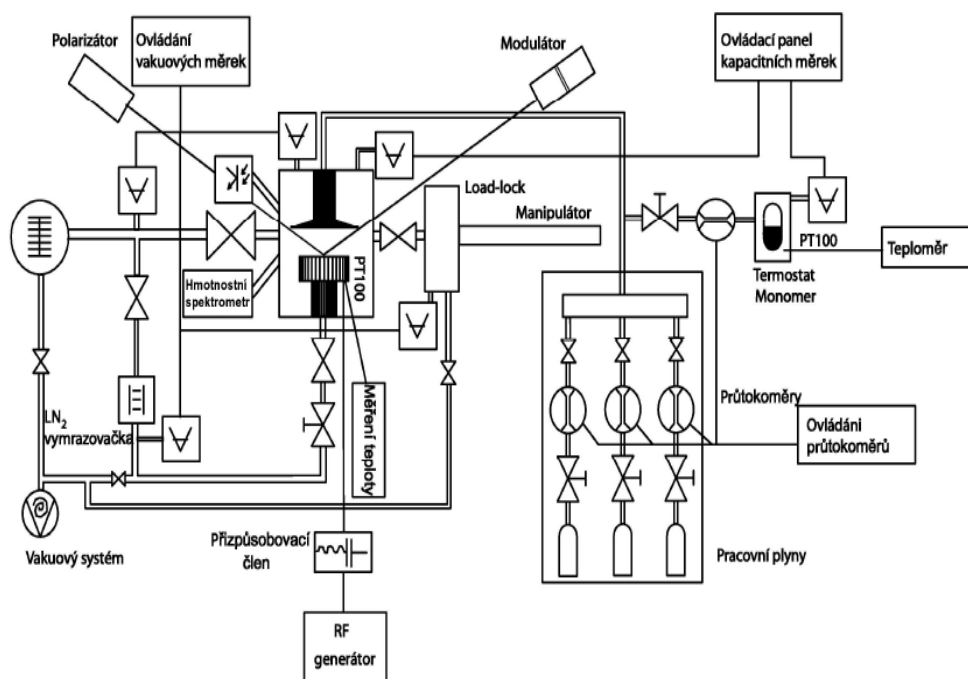
Pro nanesení tenkých vrstev byly jako podložky použity destičky z oboustranně leštěného křemíku, které měly rozměry $10 \times 10 \times 0,6$ mm (tzv. wafery) a byly poskytnuty firmou ON SEMICONDUCTOR CZECH REPUBLIC, s.r.o. (Rožnov pod Radhoštěm). Před samotným procesem depozice tyto substráty byly očištěny v ultrazvukové lázni s analytickým etanolem po dobu 15 min. Po upravení plazmatickým polymerem pak byly substráty pro účel analýzy za pomoci AFM nalepeny na kruhové ocelové podložky o průměru 12 mm (NT-MDT) přidáním malé kapky kyanoakrylátového lepidla Loctite 495 (Henkel).

V rámci bakalářské práce bylo také provedené zkoumání plazmaticky upravených vláken. Výchozí neupravená vlákna typu E s průměrem cca 19 μm byla dodaná ve svazkách 1200 tex od firmy Saint-Gobain Adfors.

3.2. Popis technologického zařízení pro depozici.

Pro přípravu tenkých vrstev se používá depoziční aparatura s označením A3. Speciálním účelem této aparatury je depozice vrstev s využitím kapacitně vázaného plazmatu přednostně na plošné substráty. Tvorba plazmatu je iniciovaná radiofrekvenčním elektrickým polem mezi dvěma rovnoběžnými elektrodami [8]. Aparatura představuje vysokovakuový systém s mezním tlakem v rozmezí 10^{-5} až 10^{-6} Pa. Pro zajištění vysokého vakua slouží vývěva firmy Pfeiffer vacuum, typ TPU 261, která dosahuje čerpací rychlosti 170 l/s. Předstupněm této vývěvy je na vstupu zapojená vývěva TriScroll 300 (Varian), která má rychlost čerpání 210 l/s a poskytuje vakuum, které dosahuje hodnot blízkých 1 Pa. Schéma takovéto aparatury je zobrazeno na *Obr. 10*. Hlavní část aparatury (reaktor) tvoří cylindrická komora, která má rozměry 25×25 cm. Uvnitř komory se nachází dvě rovnoběžné měděné OFHC (Oxygen Free High Conductivity) elektrody, které mají průměr 114 mm (dolní elektroda) a 135 mm (horní elektroda). Horní elektroda je uzemněná a přes ni se přivádí pracovní plyny do reaktoru (argon, kyslík nebo monomerní plyn). Spodní otočná elektroda je pracovní a slouží k umístění substrátu. Její pomocí se aplikuje radiofrekvenční elektrický výkon. Pro účel zkoumání optických vlastností a sledování rychlosti růstu polymerní vrstvy během depozice slouží fázově modulovaný spektroskopický elipsometr, který je připojen in-situ. Hmotnostní spektrometr se používá pro měření čistoty a ke zkoumání reakčních pochodů v průběhu procesu depozice [9].

Plazmatický výboj pro polymeraci je zajištěn generátorem Caesar VM 1000 A/AW (Dressler), který poskytuje radiofrekvenční výkon v rozmezí 1 – 1000 W. Veškeré pracovní plyny jsou dodávány pomocí průtokoměrů do vrchní části reaktoru, do tzv. sprchy, která je součástí horní uzemněné elektrody [9].



Obrázek 10: Schematický popis aparatury A3.

3.3. Analýza tenkých vrstev pomocí AFM

3.3.1. Popis aparatury a jeho komponent

Měření povrchové morfologie zkoumaných látek bylo provedeno pomocí přístroje NTEGRA Prima (viz Obr.) firmy NT-MDT (Molecular Devices and Tools for Nanotechnology), který slouží jako základní systém pro integraci s jinými metodickými postupy a spolu s ocelovým krytem, který je k dispozici na naší fakultě, tvoří systém NTEGRA Aura, jenž slouží k analýze za nízkých tlaků.



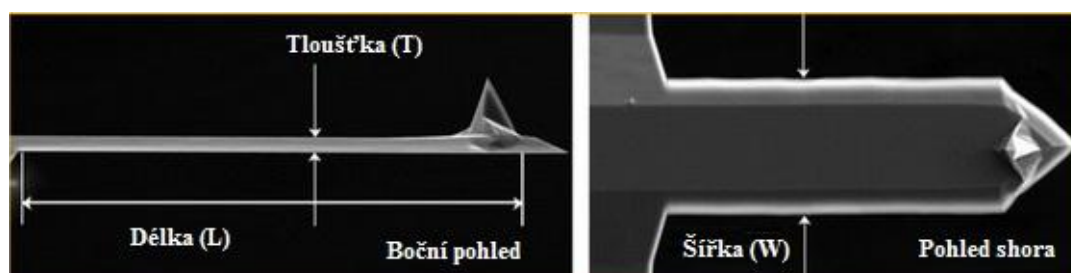
Obrázek 11: Znárodnění aparatury NTEGRA Prima [10].

Tabulka 1: Popis technických charakteristik aparatury NTEGRA Prima [10].

Typ skeneru		Skenování vzorkem	Skenování sondou
Charakteristika			
Rozměry vzorku		Do 40 mm v průměru, do 15 mm vysoký	Do 100 mm v průměru, do 15 mm vysoký
Hmotnost vzorku		Do 100 g	Do 300 g
Polohování vzorku v rovině <i>xy</i>		5 × 5 mm	
Rozlišení polohování		čitelný rozlišení: 5 μm citlivost: 2 μm	
Rozsah skenování		100 × 100 × 10 μm Do 200 × 200 × 20 μm (DualScan™ Mód)	
Nelinearita v rovině <i>xy</i>		≤ 0,1 %	≤ 0,15 %
Úroveň šumu v rovině <i>z</i> (RMS v šířce vlnového pásma 1000 Hz)		0,04 nm	0,06 nm
Úroveň šumu v rovině <i>xz</i> (RMS v šířce vlnového pásma 200 Hz)		0,2 nm	0,1 nm
Pomocný optický mikroskop	optické rozlišení	1 μm	3 μm
	zorné pole	4,5-0,4 mm	2,0-0,4 mm
Antivibrační izolátor	aktivní	0,7-1000 Hz	
	pasivní	nad 1 kHz	

Pro zabránění vlivu nežádoucích šumů šířících se po zemi se užívá kombinace tlumivého stolečku TA-150 (TableStable LTD.), schopného tlumit frekvence nižší, než 1 kHz a velkého žulového bloku, na kterém je stoleček umístěný, který tlumí vibrace s větší frekvencí. Aby se mohlo zabránit šumu, který se šíří ve vzduchu (akustické vlny) je možné přikrýt hlavní jednotku ocelovým krytem. Z boku přístroje je umístěn pomocný optický mikroskop, který slouží k usnadnění hledání požadovaného místa pro analýzu a ke kalibraci. Uprostřed hlavní jednotky se nachází místo pro upevnění vzorku za pomoci magnetického držáku. Díky trojcípému podstavci se na hlavní jednotce umísťuje měřící hlava, která je tvořena generátorem laserového paprsku, optických prvku a čtyř-segmentované fotodiody, která byla popsána v kapitole 2.3.2. Umístěný vzorek je možné přesouvat ve vodorovných a svislých směrech.

Veškerá měření byla provedena pomocí standartní měřící hlavy v semikontaktním režimu. Ve spodní části hlavy se nachází držák na pracovní konzolu s hrotem, kterým je možné pohybovat otáčením šroubu pro naladění laserového paprsku, aby dopadal na střed raménka. Použité v rámci této práce byly sondy typu NSG-03 (viz *Obr. 12*) z krystalického křemíku dopovaného antimonem s poloměrem zakřivení hrotu 10 nm.



Obrázek 12: Snímek AFM sondy typu NSG-03 s vysokým rozlišením [11].

Tabulka 2: Vybrané parametry sond typu NSG-03 [11].

Konzolová série	Délka konzoly (L), $\pm 5\mu\text{m}$	Šířka konzoly (W), $\pm 3\mu\text{m}$	Tloušťka konzoly (T), $\pm 0,5\mu\text{m}$	Rezonanční frekvence, kHz			Tuhost, N/m		
				min	typická	max	min	typická	max
NSG-03	135	30	1,5	47	90	50	0,35	1,74	6,1

3.3.2. Popis ovládacího softwaru Nova

Digitální zpracování signálu z dat obdržených mikroskopem je zprostředkováno pomocí softwaru Nova, který byl vyvinut ve společnosti NT-MDT. Před samotným měřením je nutné za pomoci pomocného optického mikroskopu najít potřebnou oblast ke skenování. Přiblížení vzorku ke skenovací sondě je pak regulováno softwarem, který tento děj přerušuje v okamžiku, kdy vzdálenost mezi sondou a analyzovaným povrchem bude ve středu rozsahu jeho pohybu v ose z. Pak je nutno provést kontrolu rezonance v záložce *Resonance* nastavením rezonanční frekvence odpovídající pracovním frekvencím použité sondy, potom nastavením parametru zpětné vazby (FB Gain), který určuje sílu zpětné vazby, a hodnoty parametru přítlaku (SetPoint), který mění sílu, se kterou hrot působí na povrch vzorku. Pro začátek analýzy je nutné v záložce *Scan* vybrat režim měření (pro veškerá měření v této práci byl použit semikontaktní režim, který byl popsán v kapitole 2.3.4), určit frekvenci samotného měření (dá se volit v rozmezí od 0,03 do 31,25 Hz, i když prakticky byly využity hodnoty v rozmezí 0,25 až 0,5 Hz) a uvést potřebný rozměr a rozlišení skenovací plochy. Maximální volitelně rozlišení dosahuje 1024×1024 bodů, když prakticky vždycky bylo využito rozlišení 256×256 bodů vzhledem k velkým časovým nárokům získání topografických snímků s vysokým rozlišením.

Součástí softwaru Nova je nástroj Image Analysis, který poskytuje možnost grafického zpracování získaných snímků povrchové morfologie. Tento nástroj byl nejčastěji používán pro odstranění sklonu vzorku funkcí *Fit Lines*, která metodou nejmenších čtverců vytváří polynom pro každý jednotlivý řádek rastrování vytvořený v požadovaném směru. Pomocí těchto polynomů se původní řádky aproximují a přizpůsobí se k jedinému plošnému vzoru. Sklony jsou způsobeny tím, že ve skutečnosti není možné umístit vzorek tak, aby jeho povrch při velkém rozlišení v rozsahu mikrometrů byl zcela vodorovný [12].

Další funkce nástroje dovolují upravovat rozměry získaných snímků, vypočítávat povrchovou drsnost (buď střední aritmetickou, nebo kvadratickou), zobrazovat histogram výšek, upravovat vyčištěním od šumů a zobrazovat 2D profily jednotlivých řádků.

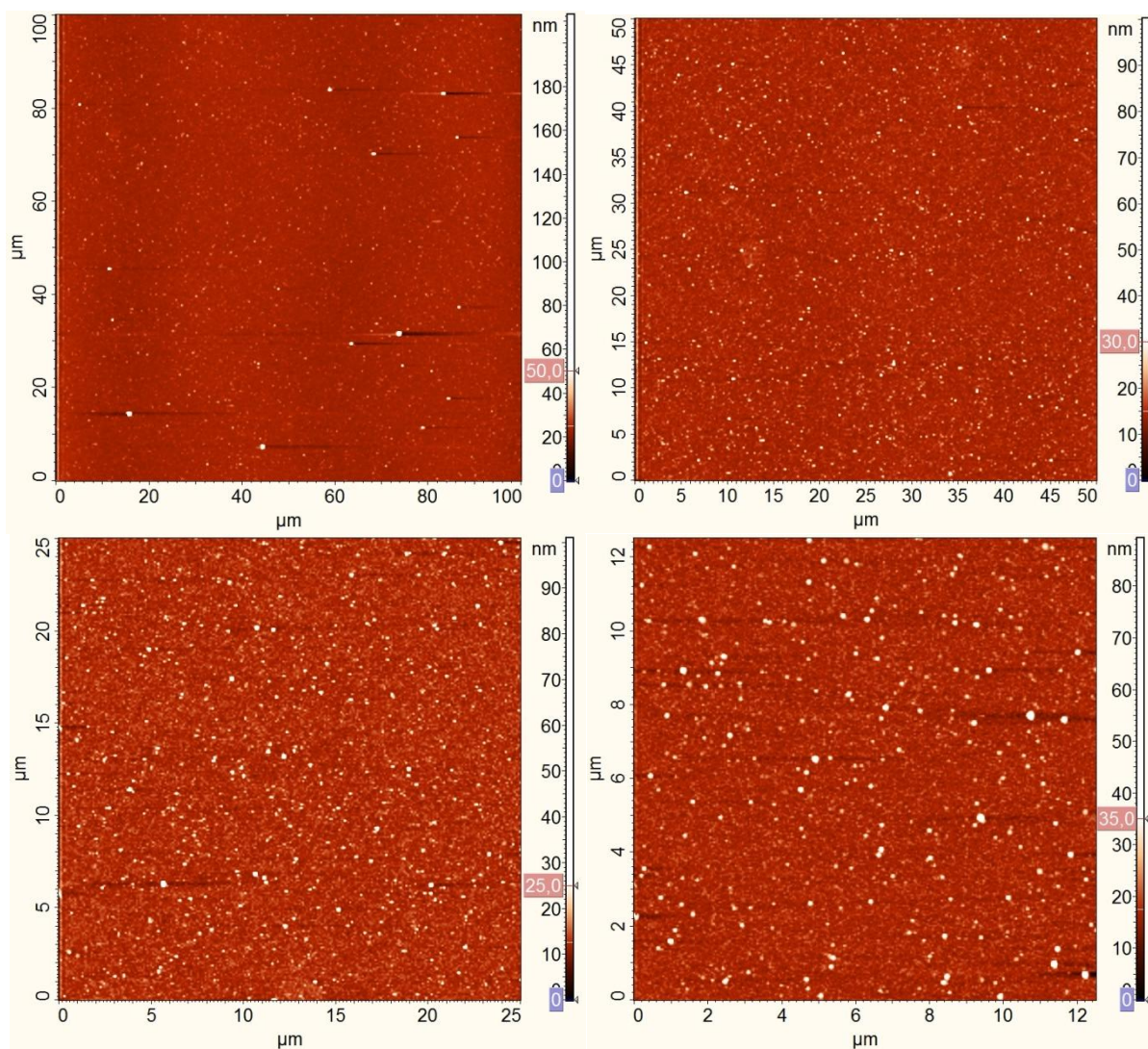
4. VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1. Tenké vrstvy připravené v kontinuálním režimu plazmového výboje

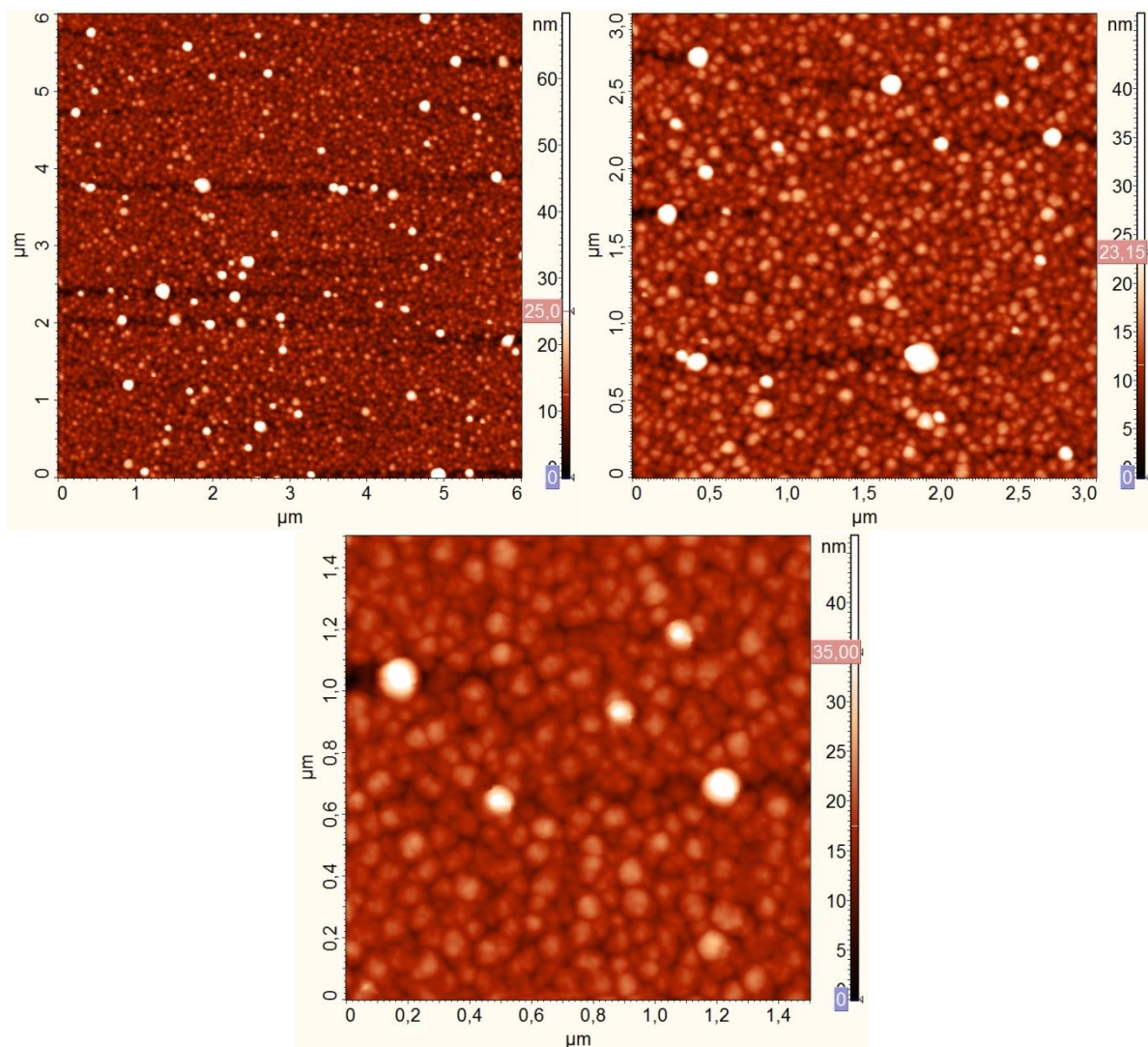
Kontinuální režim (continuous wave) plazmového výboje byl použit pro realizaci plazmatické úpravy povrchu plošných substrátů a skleněných vláken ve formě nanosené tenké vrstvy. Tento režim realizuje nepřetržité hoření plazmatu po jeho zapálení. Následujícímu zkoumání byly podrobeny vzorky vrstev, které byly v tomto režimu deponovány při výkonech 10 a 50 W. Depozice proběhla v aparatuře A3, která byla popsána v kapitole 3.2. Přibližná tloušťka vrstev činila 1 μm .

4.2. Morfologie povrchu plazmaticky upravených plošných substrátů

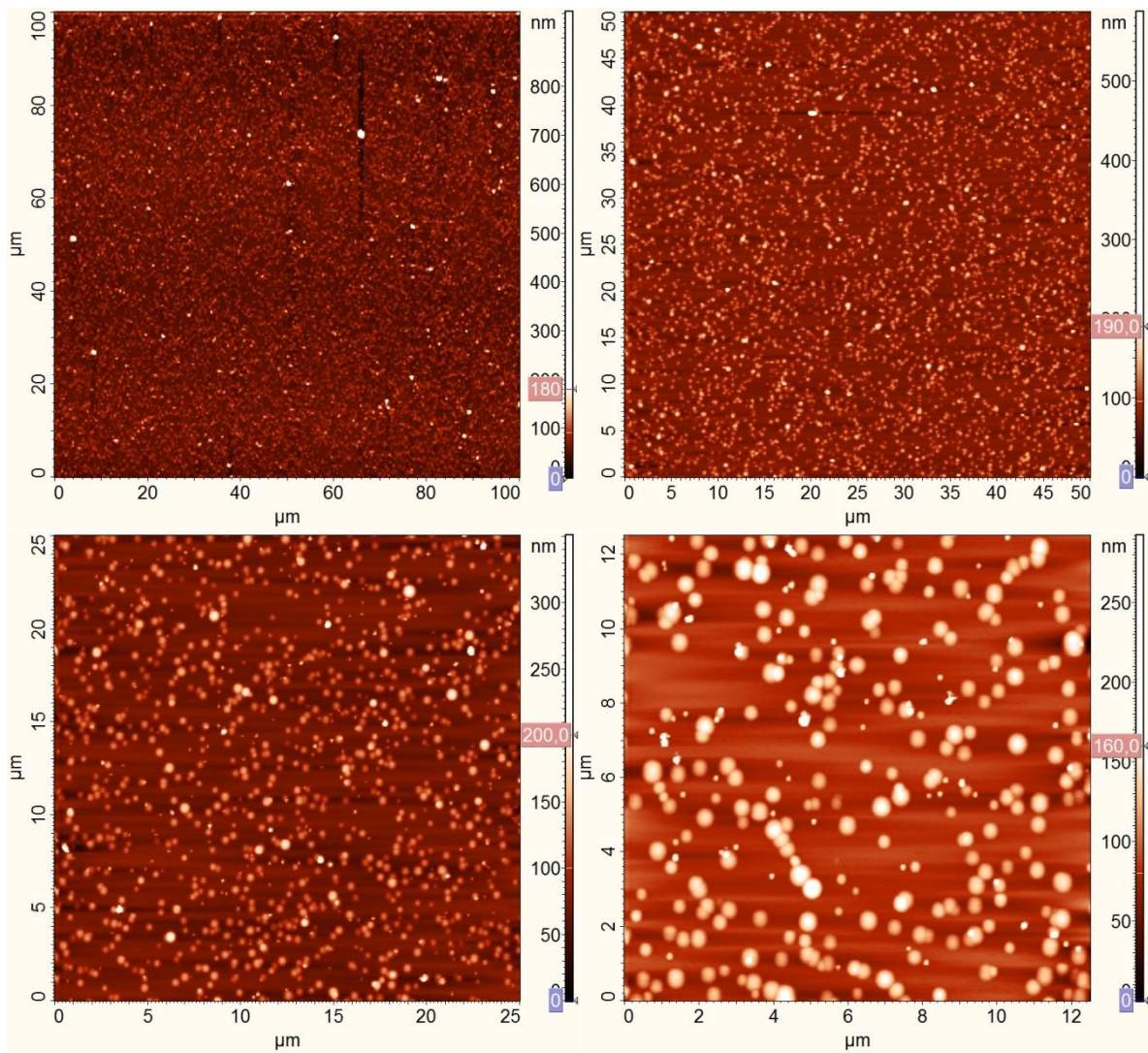
Povrchová morfologie tenkých vrstev byla analyzována pro dva vzorky vrstev na plošných křemíkových substrátech, které byly deponovány plazmatickými polymery při výkonech 10 a 50 W. Jejich topografické snímky byly získány pomocí AFM, pracujícího v semikontaktním režimu. Pro měření byly zvoleny následující velikosti analyzovaných ploch: 100 μm , 50 μm , 25 μm , 12 μm , 6 μm , 3 μm a 1,5 μm . Topografické AFM snímky jsou představeny na obrázcích níže pro efektivní výkon 10 W (viz Obr. 13) a 50 W (viz obr. 14).



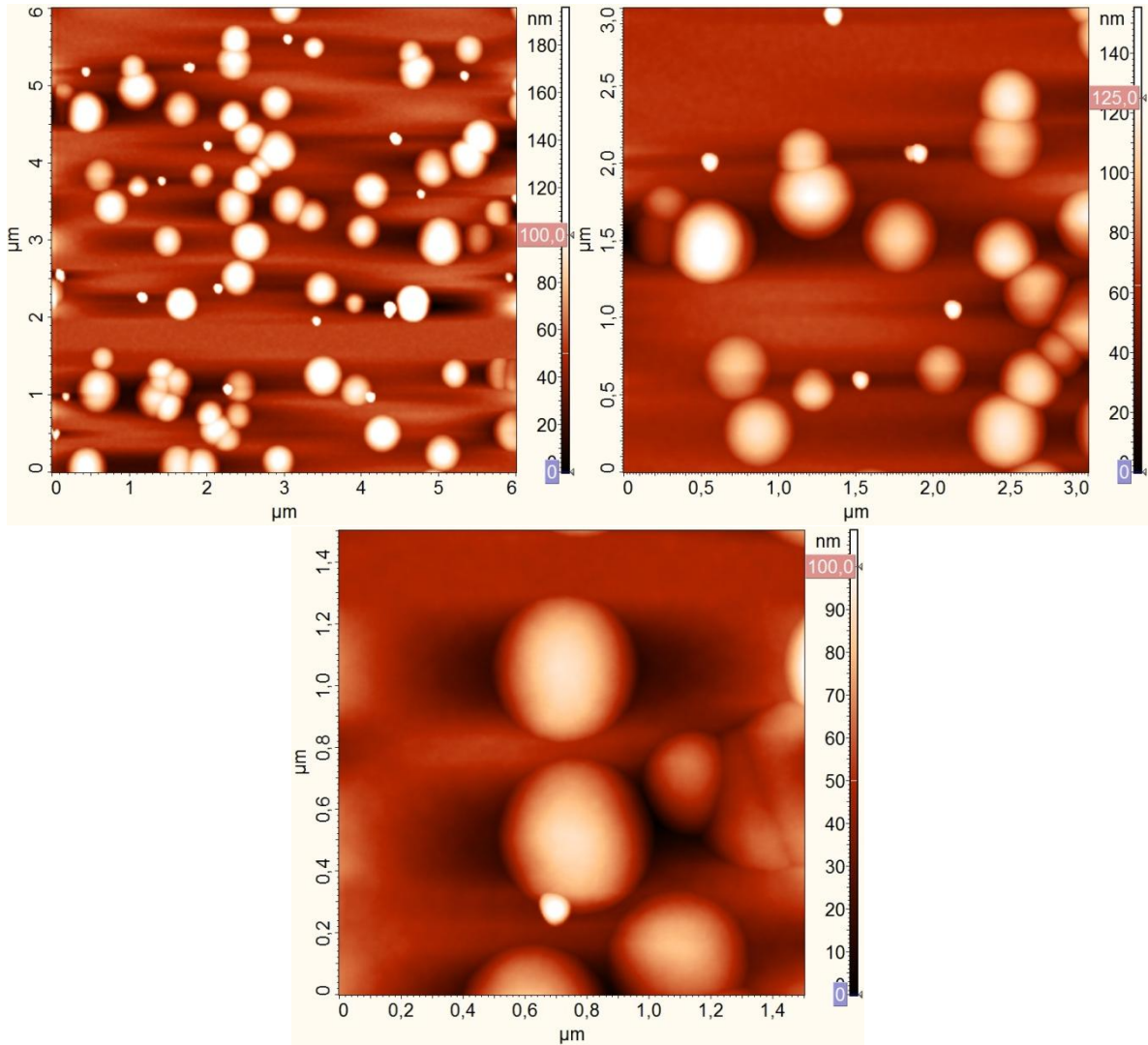
Obrázek 13: Topografické AFM snímky tenkých vrstev připravených v kontinuálním režimu při výkonu 10 W. Postupně zleva doprava a pak shora dolů jsou snímky vrstev s velikostí hran skenovací plochy 100; 50; 25 a 12,5 μm .



Obrázek 13: Pokračování: postupně zleva doprava a pak shora dolů jsou snímky vrstev s velikostí hran skenovací plochy 6; 3 a 1,5 μm.



Obrázek 14: Topografické AFM snímky tenkých vrstev připravených v kontinuálním režimu při výkonu 50 W. Postupně zleva doprava a pak shora dolů jsou snímky vrstev s velikostí hran skenovací plochy 100; 50; 25 a 12,5 μm.

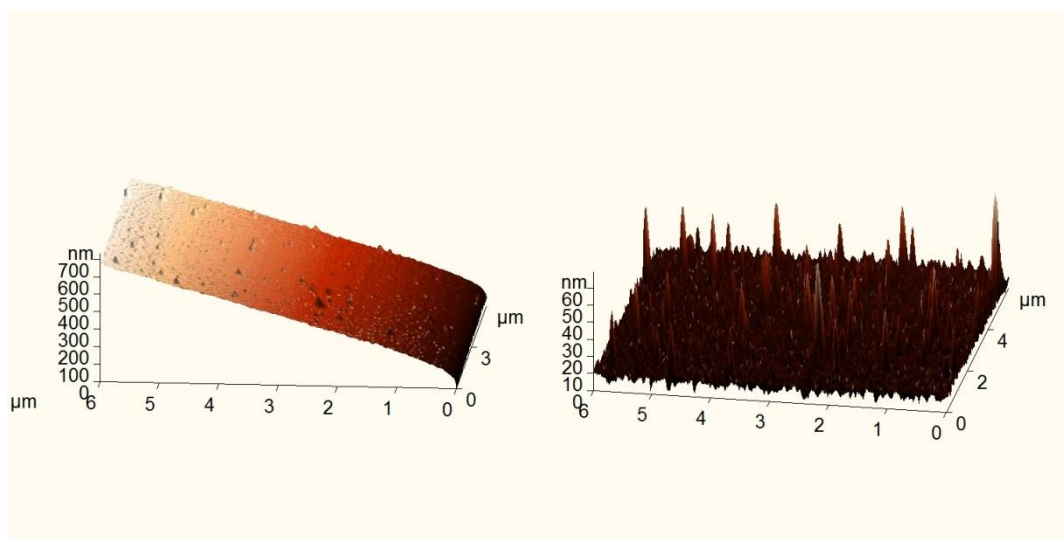


Obrázek 14: Pokračování: postupně zleva doprava a pak shora dolů jsou snímky vrstev s velikostí hran skenovací plochy 6; 3 a 1,5 μm.

Pomocí nástroje *Roughness Analysis* ovládacího softwaru NOVA byly vypočítány střední RMS drsnosti pro každou jednotlivou velikost plochy. RMS je střední kvadratický průměr výškových odchylek od zaznamenané střední linie ve 2D profilu určité délky. Pro jeho výpočet se používá následující vzorec:

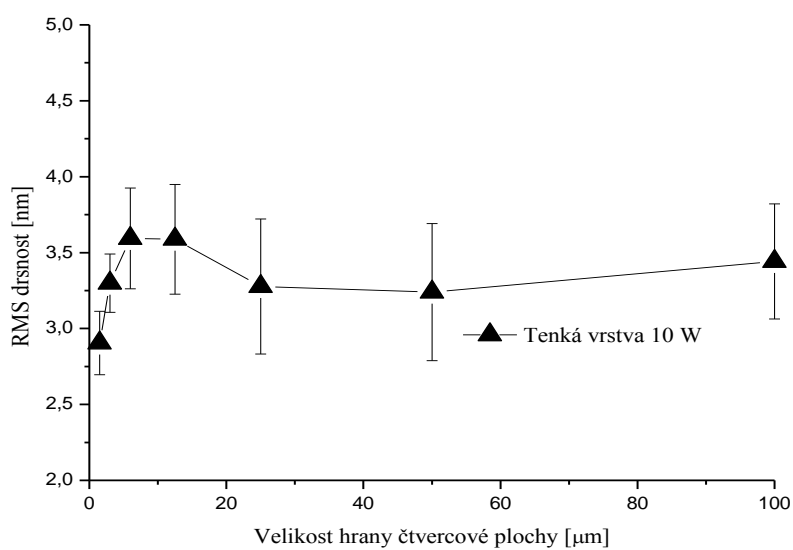
$$Rq = \left[(1/L) \int_0^L Z(x)^2 dx \right]^{1/2}, \quad (3)$$

kde L je délka linie, na které se vyhodnocuje Rq , a $Z(x)$ je funkce výškového profilu [13]. Před samotným výpočtem RMS vždycky byl odstraněn sklon, způsobený nedokonalým vodorovným umístěním vzorku v rovině. K tomuto účelu byla použita funkce *Fit Line*, která aproximovala jednotlivé řádky ve směru skenování polynomem 4. stupně pro čtvercové plochy s velikostí hran 100; 50; 25; 12,5 a 6 μm a polynomem 2. stupně pro čtvercové plochy s velikostí hran 3 a 1,5 μm. Na *Obr. 15* jsou porovnány vzhledy 3D snímků povrchu skenované a aproximované funkcí *Fit Line* 4. stupně tenké vrstvy.

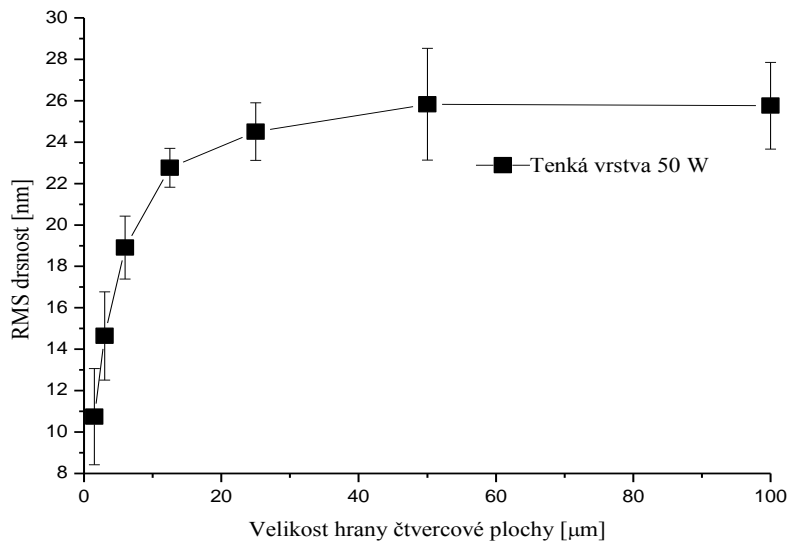


Obrázek 15: Vlevo je 3D snímek skenované vrstvy připravené v kontinuálním režimu při efektivním výkonu 10 W; vpravo je 3D snímek stejné vrstvy, která byla aproximována funkcí *Fit Lines* 4. stupně.

Měření RMS drsnosti bylo provedeno desetkrát v různých místech pro každý typ velikosti plochy. Získané hodnoty pak byly zprůměrovány a vyneseny do grafů závislosti střední RMS drsnosti vzorku na velikosti její plochy zvlášť pro vrstvu připravenou při výkonu 10 W (viz *Obr. 16*) a při výkonu 50 W (viz *Obr. 17*)

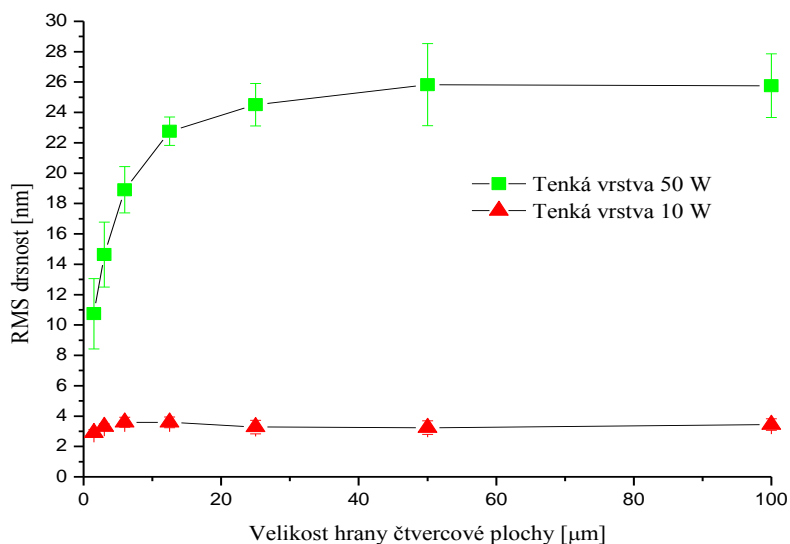


Obrázek 16: Detailní graf závislosti RMS drsnosti tenké vrstvy připravené v kontinuálním režimu při efektivním výkonu 10 W od velikosti hrany analyzované čtvercové plochy.



Obrázek 17: Detailní graf závislosti RMS drsnosti tenké vrstvy připravené v kontinuálním režimu při efektivním výkonu 50 W od velikosti hrany analyzované čtvercové plochy.

Pro lepší přehlednost na *Obr. 18* jsou obě závislosti zobrazeny v jednom grafu. Tady je nutně si všimnout toho, že se stoupající se velikostí plochy přibližně exponenciálně vzrůstá střední hodnota RMS drsnosti až k saturační hodnotě 25,8 nm, která je charakteristická pro tuto plochu vrstvy, která je připravena při výkonu 50 W. Vzhledem ke stejné závislosti pro tenkou vrstvu připravenou při efektivním výkonu 10 W je možné tvrdit, že střední RMS drsnost zvolené plochy není funkcí její velikosti a můžeme ji charakterizovat střední hodnotou 1,9 nm. Je tedy patrné, že střední hodnota RMS drsnosti pro vrstvu s 50W výkonem je výrazně větší, než u vrstvy s 10W výkonem.



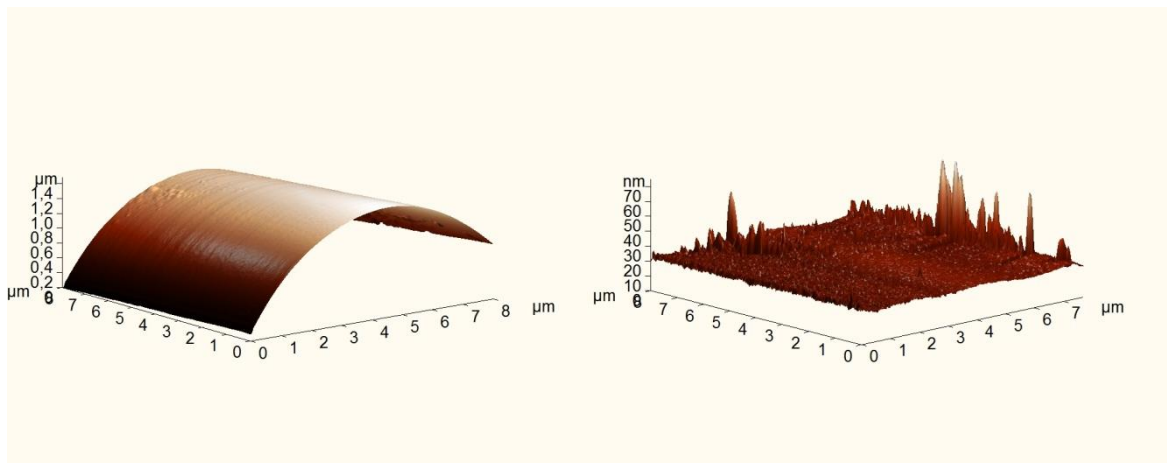
Obrázek 18: Graf závislosti RMS drsnosti tenké vrstvy připravené v kontinuálním režimu při efektivním výkonu 10 a 50 W od velikosti hrany analyzované čtvercové plochy.

4.3. Morfologie povrchu plazmaticky upravených a neupravených skleněných vláken

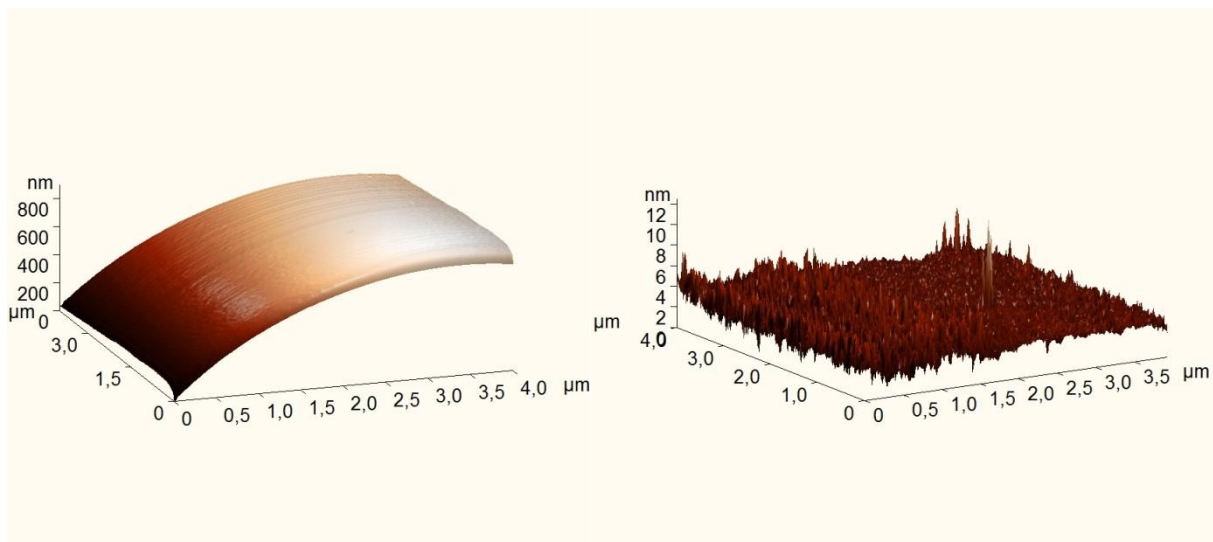
Pomocí AFM byla taky zkoumána morfologie povrchu plazmaticky upravených depozicí při efektivním výkonu 25 W a neupravených skleněných vláken. Pro účel skenování tato vlákna byla umístěna na leštěné křemíkové destičky (silicon wafer) a následně skenována za využití semikontaktního modu. Hlavním cílem bylo provést zkoumání povrchů o různých velikostech ploch a určit vhodný způsob analýzy získaných během měření topografických snímků pro výpočet co nejpřesnější drsnosti.

4.3.1. Analýza plazmaticky upravených vláken

Na začátku byla analyzována morfologie povrchu dvou náhodně vybraných plazmaticky upravených vláken o průměru 19 μm vrstvou o tloušťce 0,1 μm . Způsobem jejich analýzy bylo provedení skenování ve směru osy X, tudíž napříč vláknem. Získané topografické snímky pak byly analyzovány za účelem zisku RMS drsnosti za použití nástroje *Fit Lines* aproximací řádků podél osy X polynomem pátého stupně (polynomy menších stupňů poskytovaly méně rovinný vzhled povrchu). Vzory 3D snímku získaných pro první vlákno jsou uvedeny na *Obr. 19* a na *Obr. 20*. Vypočítány RMS drsnosti pro snímky, které byly upraveny polynomem nižšího stupně, než 5., měli větší hodnoty a jejich 3D vzhled po úpravě nevypadal úplně rovinní. Po aproximaci polynomem větších stupňů celkový vzhled 3D snímků už se v podstatě neměnil a hodnoty RMS drsnosti byly relativně stejné.

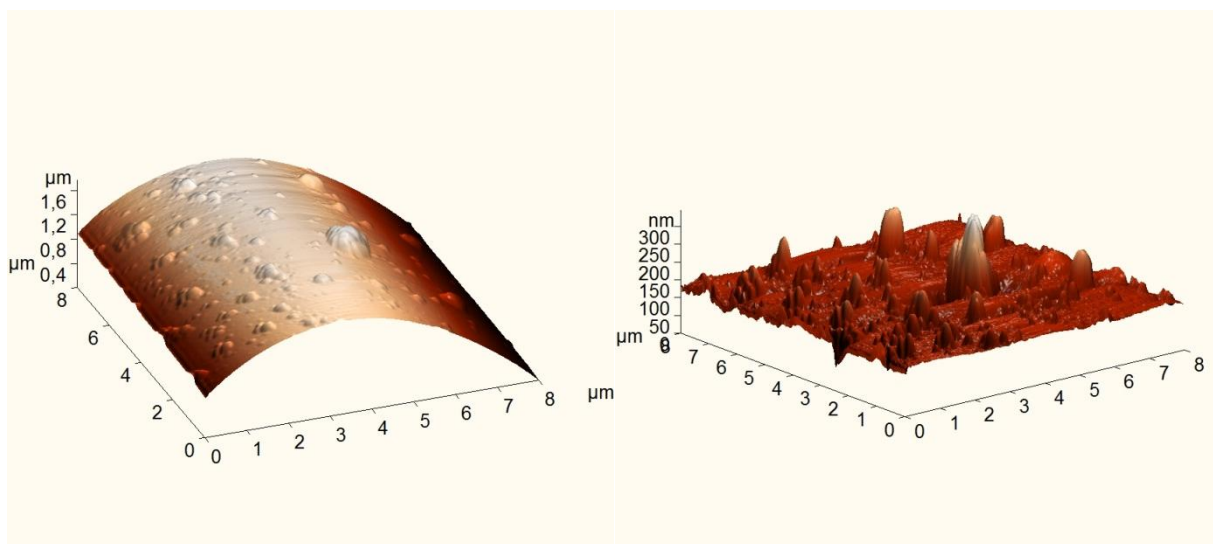


Obrázek 19: Zleva je topografický 3D snímek povrchu 1. upraveného vlákna o rozměrech 8×8 μm ; zprava je topografický 3D snímek stejného povrchu, který byl aproximován polynomem 5. stupně (RMS je 4,4 nm).

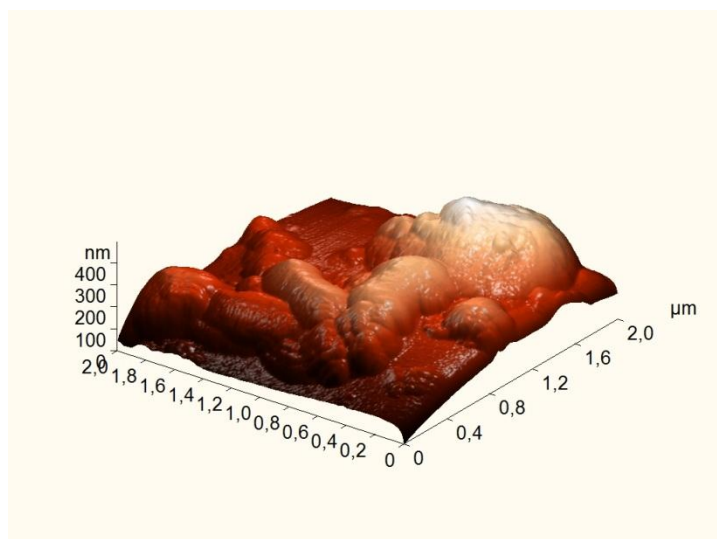


Obrázek 20: Zleva je topografický 3D snímek povrchu 1. upraveného vlákna o rozměrech $4 \times 4 \mu\text{m}$; zprava je topografický 3D snímek stejného povrchu, který byl aproximován polynomem 5. stupně (RMS je $0,7 \text{ nm}$).

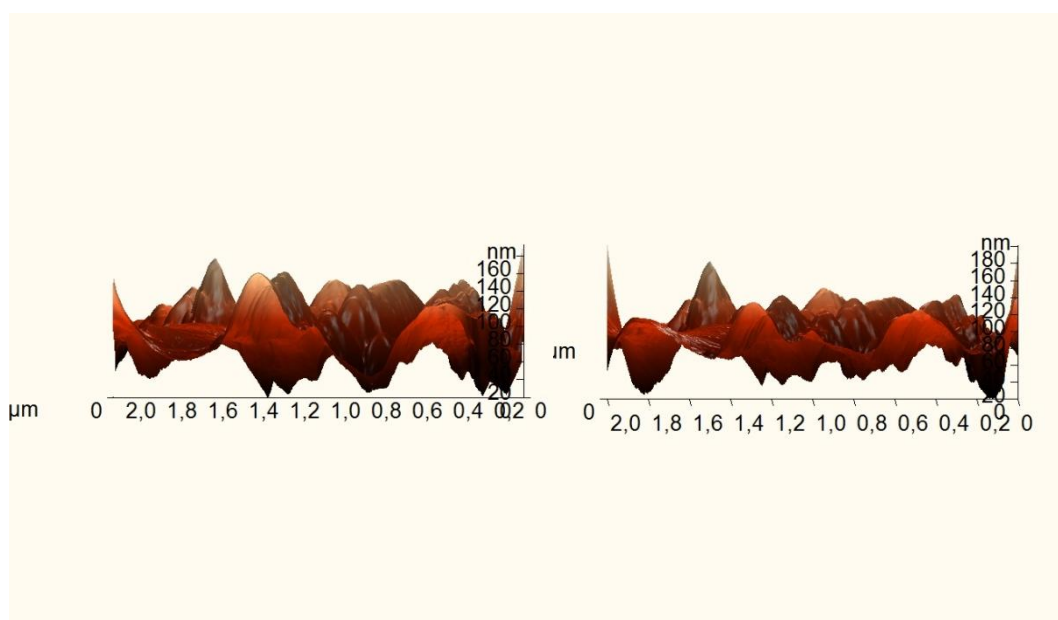
Analýza druhého vlákna projevila úplně odlišnou morfologii povrchu v porovnání s prvním vláknem (*Obr. 21*). RMS drsnosti těchto vzorků měli mnohem větší hodnoty. Důvod těchto změn pravděpodobně spočívá ve způsobu technologické výroby samotných neupravených vláken. Pro úpravu topografických snímků menších rozměrů (*Obr 22.*) taky byla použita aproximace polynomem 5. stupně. Pro znázornění výhody použití polynomu 5. stupně oproti polynomům menších stupňů na *Obr 23.* je uvedeno porovnání vzhledů 3D snímků a hodnot RMS drsnosti. Jak to bylo uvedeno výše, vzhled snímku aproximovaného polynomem 5. stupně vypadal rovinnější, jeho RMS byla menší a přesnější.



Obrázek 21: Zleva je topografický 3D snímek povrchu 2. upraveného vlákna o rozměrech $8 \times 8 \mu\text{m}$; zprava je topografický 3D snímek stejného povrchu, který byl aproximován polynomem 5. stupně (RMS je $24,3 \text{ nm}$).



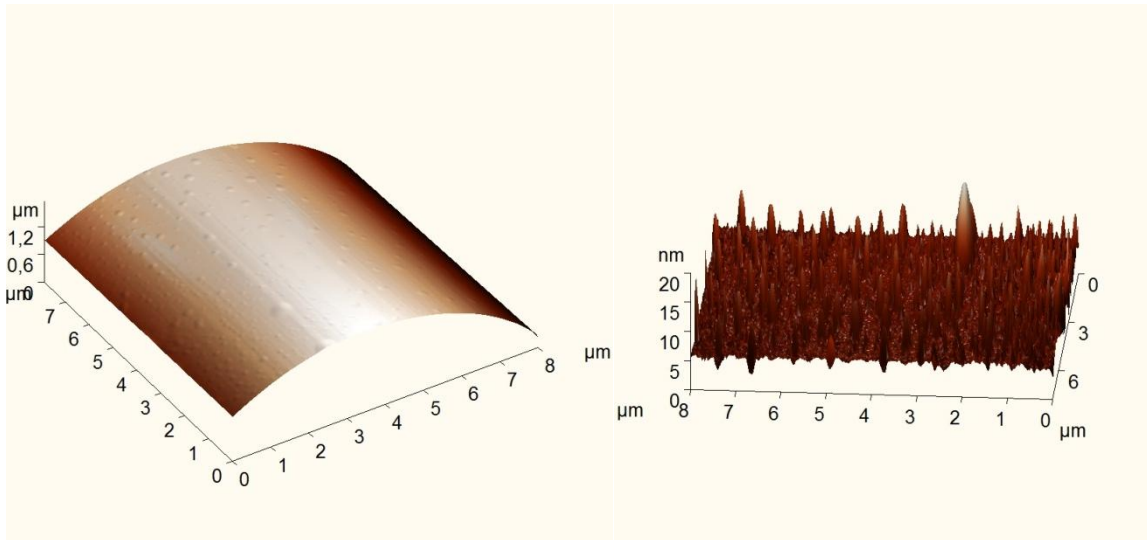
Obrázek 22: Topografický 3D snímek povrchu 2. upraveného vlákna o rozměrech $2 \times 2 \mu\text{m}$.



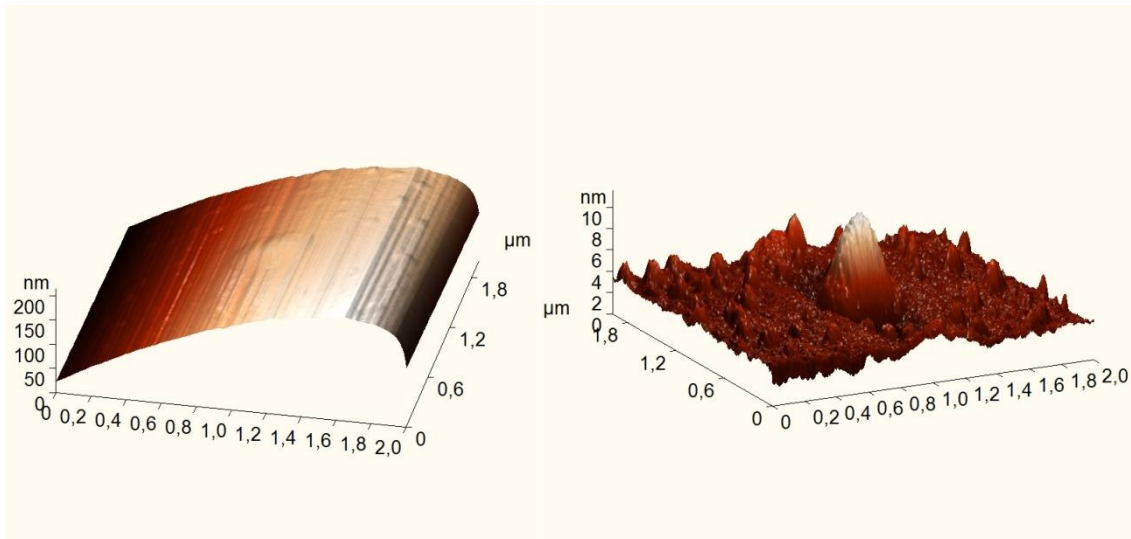
Obrázek 23: Zleva je topografický 3D snímek stejného povrchu z *Obr. 22.*, který byl aproximován polynomem 4. stupně (RMS je 25,0 nm); zprava je topografický 3D snímek stejného povrchu, který byl aproximován polynomem 5. stupně (RMS je 21,6 nm).

4.3.2. Analýza neupravených vláken

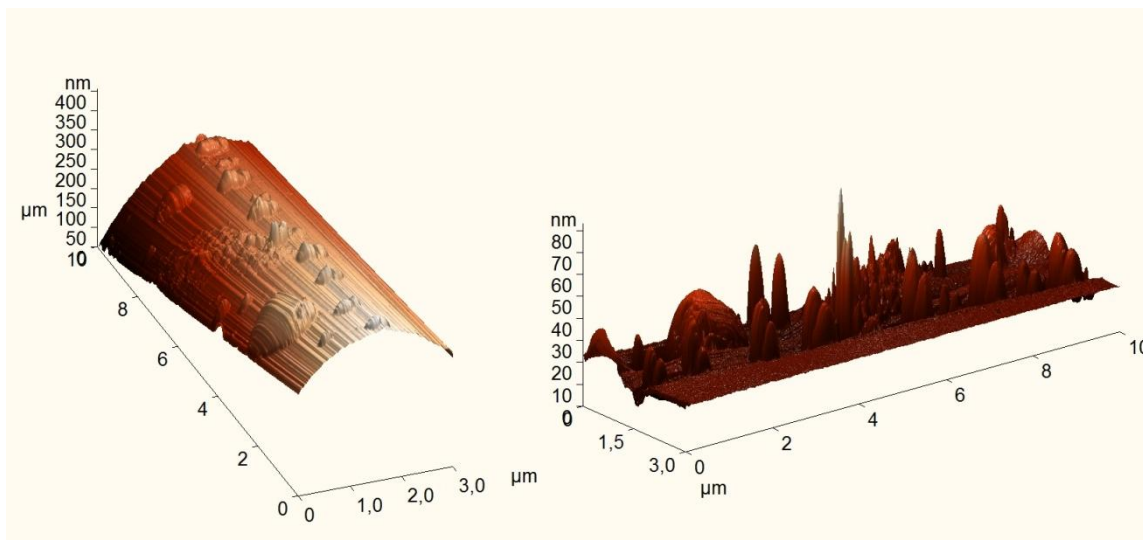
Pro zkoumání povrchu neupravených vláken byla stejně vybrána dvojice vláken lišících se plošnou morfologií. Ohledně těchto vláken byl proveden pokus provedení skenování ve směru osy Y , tudíž podél vlákna. Získané snímky byly analyzovány za využití aproximace Y -řádků polynomem 1. stupně, což pro vyrovnání sklonu snímku úplně stačilo (viz *Obr. 24* a *Obr. 25*). Během zkoumání druhého zvoleného vlákna zase se objevila odlišná morfologie jako i v případě plazmaticky upravených vláken. Tady byl taky proveden pokus skenování obdélníkové plochy o rozměrech $3 \times 10 \mu\text{m}$ (viz *Obr. 26*). Zkoumání obdélníkových ploch pro studium morfologii povrchu vláken by mělo větší využití vzhledem k tvaru vláken.



Obrázek 24: Zleva je topografický 3D snímek povrchu 1. neupraveného vlákna o rozměrech $8 \times 8 \mu\text{m}$; zprava je topografický 3D snímek stejného povrchu, který byl aproximován polynomem 1. stupně (RMS je 1,1 nm).



Obrázek 25: Zleva je topografický 3D snímek povrchu 1. neupraveného vlákna o rozměrech $2 \times 2 \mu\text{m}$; zprava je topografický 3D snímek stejného povrchu, který byl aproximován polynomem 1. stupně (RMS je 1,0 nm).



Obrázek 26: Zleva je topografický 3D snímek povrchu 2. neupraveného vlákna o rozměrech $3 \times 10 \mu\text{m}$; zprava je topografický 3D snímek stejného povrchu, který byl aproximován polynomem 1. stupně (RMS je 6,9 nm).

5. ZÁVĚR

V teoretické části byla provedena literární rešerše z oblasti tenkých vrstev, plazmochemické depozice z plynné fáze (PE CVD) a mikroskopie atomární síly (AFM). Cílem této bakalářské práce byla charakterizace povrchové topografie pro vybrané vzorky plazmových polymerů na rovinných a vláknových substrátech, posouzení vlivu depozičních podmínek na morfologii povrchu a stanovení nejvhodnějších metod skenování pro následnou statistickou analýzu.

V rámci experimentální části této práce byly charakterizovány tenké vrstvy organokřemičitých polymerů, které byly depovány při různých výkonech z monomeru tetravinylsilane na plošné křemíkové substráty a skleněná vlákna metodou chemické depozice z plynné fáze. Následně byly získány topografické mapy povrchu zkoumaných substrátů za použití mikroskopie atomárních sil. U plošných substrátů pak byla posouzena povrchová topografie ve vztahu k depozičním podmínkám. Byl pozorován určitý trend závislosti hodnot RMS drsnosti povrchu na velikosti analyzované plochy pro vrstvy, které byly připraveny při vyšších výkonech.

Zkoumání plazmaticky upravených a neupravených vláken bylo zaměřeno na posouzení způsobu skenování pro lepší analýzu získaných dat pro účel stanovení RMS drsnosti povrchu vláknových vzorků. Bylo zjištěno, že vhodnou metodou je způsob, při kterém skenování se uskutečňuje napříč vláknem podél osy X a získané řádky se aproximují polynomem nejméně 5. stupně, rovněž je vhodně provádět skenování podél vlákna ve směru osy Y s následnou aproximací řádků polynomem 1. stupně.

6. SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] ECKERTO VÁ, Ludmila. *Physics of Thin Films*. Boston, MA: Springer US, 1977. ISBN 978-146-1575-894.
- [2] INAGAKI, Norihiro. *Plasma Surface Modification and Plasma Polymerization*. Basel: Technomic Publishing, 1995. ISBN 1-56676-337-1.
- [3] CHEN, Francis F. a Karel ROHLENA (překl.). *Úvod do fyziky plazmatu* [online]. 1. vyd. Praha: Academia, 1984 [cit. 2016-03-07]. Dostupné z: http://is.muni.cz/el/1431/jaro2013/C6900/um/Chen-Uvod_do_fyziky_plazmatu.pdf
- [4] YASUDA, H. *Plasma polymerization*. Orlando: Academic Press, Inc., 1985. ISBN 01-276-8760-2.
- [5] MIRONOV, V. L. *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy* [online]. Nizhniy Novgorod: The Russian Academy of Sciences Institute for Physics of Microstructures, 2004 [cit. 2016-03-06]. Dostupné z: http://ipmras.ru/UserFiles/publications/mironov/Fundamentals_SPM.pdf
- [6] CHIZHIK, S. a S. SIROEZHLIN. Scanning probe techniques in micro- and nanomechanics. *Приборы и методы измерений*. 2010(1), 85-94.
- [7] CECH, V., A. KNOB, H.-A. HOSEIN, A. BABIK, P. LEPCIO, F. ONDREAS a L.T. DRZAL. Enhanced interfacial adhesion of glass fibers by tetravinylsilane plasma modification. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* [online]. 2014, **2014**(58), 84–89 [cit. 2016-05-05]. DOI: 10.1016/j.compositesa.2013.12.003. ISBN 10.1016/j.compositesa.2013.12.003. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359835X13003400>
- [8] DVOŘÁK, Pavel. *Komplexní diagnostika reaktivního plazmatu doutnavého výboje*. Brno, 2005. Dizertační práce. Masarykova univerzita v Brně. Vedoucí práce Prof. RNDr. Jan Janča, DrSc.
- [9] HOFEREK, Lukáš. *PRÍPRAVA VRSTEVNATÝCH STRUKTUR TECHNOLOGIÍ PE CVD*. Brno, 2008. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Prof. RNDr. Vladimír Čech, Ph.D.
- [10] NTEGRA Prima. *NT-MDT: Atomic Force Microscopy for Nanotechnology, Scientific Research & Education* [online]. Moscow: NT-MDT, c1998-2016 [cit. 2016-05-04]. Dostupné z: <http://www.ntmdt.com/modular-afm/prima>
- [11] NSG03: High Resolution NONCONTACT "GOLDEN" Silicon AFM probes NSG03 series. *NT-MDT: Atomic Force Microscopy for Nanotechnology, Scientific Research & Education* [online]. Moscow: NT-MDT, c1998-2016 [cit. 2016-05-04]. Dostupné z: <http://www.ntmdt-tips.com/products/view/nsg03>
- [12] NT-MDT. *Nova SPM Software*. Zelenograd, Moscow, Russia, 2006.
- [13] Ra & RMS: Calculating Surface Roughness. *Harrison Electropolishing L.P.* [online]. Houston: Brittmoore Park Dr, c2012-2016 [cit. 2016-05-08]. Dostupné z: <http://www.harrisonep.com/electropolishing-ra.html>

7. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

AFM – mikroskopie atomárních sil

FS – systém zpětné vazby

PECVD – chemická depozice z plynné fáze

PT – piezoelektrický převodník (skener)

RMS – střední kvadratický průměr

SPM – skenovací sondové mikroskopie

TVS – tetra vinylsilan