



КОМБИНИРОВАНИЕ АТОМНО-СИЛОВОЙ И СКАНИРУЮЩЕЙ БЛИЖНЕПОЛЬНОЙ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ С КОНФОКАЛЬНОЙ РАМАНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИЕЙ

CORRELATIVE HIGH-RESOLUTION RAMAN-AFM-SNOM IMAGING

Д-р У.Шмидт*, К.Хольрихер*
Dr. U.Schmidt*, K.Hollricher*

Комбинирование атомно-силовой и сканирующей ближнепольной оптической микроскопии с конфокальной рамановской спектроскопией обеспечивает возможность проведения неразрушающего контроля физико-химических свойств гетерогенных материалов с высоким разрешением.

Combination of Atomic Force Microscopy, Scanning Near-field Microscopy and confocal Raman imaging enables nondestructive, physical and chemical characterization of heterogeneous materials at high resolution.

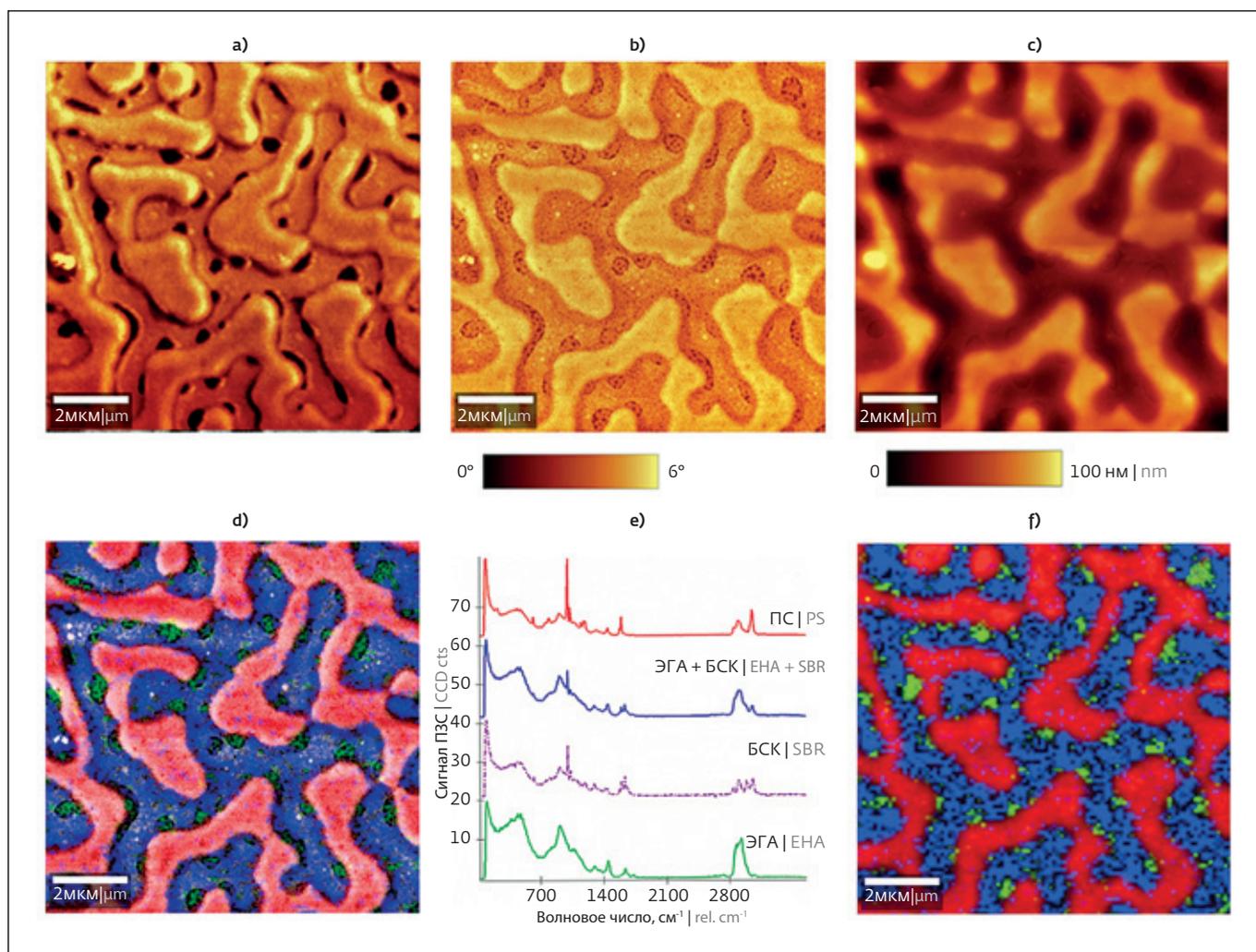
Полимеры играют важную роль в современном материаловедении. Благодаря широкому диапазону механических и химических свойств они применяются в самых разных областях и активно используются при разработке новых материалов, к которым предъявляются все более жесткие требования. Для подобных разработок нередко необходима информация о морфологии и химическом составе гетерогенных полимерных материалов на субмикронном уровне. Рассмотрим использование сочетания атомно-силовой микроскопии (АСМ), сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (СБОМ) и конфокальной рамановской спектроскопии (КРС) для исследования состава трехкомпонентной смеси полимеров.

АСМ в полуконтактном режиме использовалась для сбора данных о топографии и локальных механических свойствах, СБОМ – для получения оптического изображения с разрешением намного ниже дифракционного предела, а КРС – для определения молекулярного состава образца. Сочетание этих методов открывает новые возможности для разработки и исследования современных полимерных материалов, обеспечивая детальные сведения об их физических и химических свойствах на субмикронном уровне.

Разделение фаз в тонкой пленке смеси, включавшей в равной пропорции полистирол (ПС), бутадиен-стирольный каучук (БСК) и этилгексилакрилат (ЭГА), исследовалось с помощью прибора WITec alpha 300 RAS, в который интегрированы все три перечисленных выше метода измерений. Образец пленки, нанесенный на стекло методом центрифугирования, оставался в ходе измерений в одной позиции, что дало возможность сопоставить друг с другом результаты измерений различными методами. Программное обеспечение WITec Control позволило выполнить комплексную оценку полученных данных и сгенерировать профили характеристик.

Топография образца (а), полученная с помощью АСМ, показывает трехуровневую структуру, а на полученном одновременно с ней фазовом изображении (б) отчетливо видны тонкая сетчатая текстура нижнего уровня, небольшие сферические объекты в промежуточном слое и аморфный характер вещества верхнего уровня. СБОМ-изображение (с) той же области образца демонстрирует, что даже самые тонкие участки пленки непрозрачны. Рамановское отображение (d), полученное на основе спектров комбинационного рассеяния (е), свидетельствует, что эти участки состоят только из ЭГА, а основные

* WITec GmbH.



Исследование смеси, включавшей в равной пропорции ПС, БСК и ЭГА, с применением методов АСМ, СБОМ и КРС. АСМ в полуконтактном режиме позволила одновременно оценить топографию образца (а) и получить фазовое изображение (б). СБОМ показала непрозрачность пленки (с). Спектры комбинационного рассеяния (е) были получены для каждой точки исследуемого участка, что позволило построить изображение (д), на котором ПС соответствует красному цвету, ЭГА – зеленому, БСК – фиолетовому, смесь ЭГА и БСК – синему. На последнем рисунке (ф) представлено наложение фазового и рамановского изображений

Correlative, high-resolution AFM – SNOM – confocal Raman imaging of a 1 : 1 : 1 mixture of PS, SBR and EHA. Using AFM in tapping mode the sample's topography (a) and its phase image (b) were measured simultaneously. With SNOM the transparency of the same area was determined with the dark spots being opaque (c) Concurrently with the AFM and SNOM measurements the Raman spectra (e) were recorded for each pixel of the area and displayed as a false color image (d): red = PS, green = EHA, blue = mixed spectrum of SBR and EHA, violet: SBR. The overlay of the AFM phase and Raman images is shown in last figure (f)

характеристики образца определяет ПС, который образует систему сферических объектов. Хорошую корреляцию данных о топографии, фазовом разделении, оптических характеристиках и молекулярном составе демонстрирует наложение фазового и рамановского изображений (ф).

Сопоставление информации о структуре, физических и химических свойствах позволяет сделать вывод, что нижний слой образца пленки

формирует ЭГА, который покрыт БСК, о чем свидетельствует смешение спектральных характеристик этих материалов, а сферы из ПС выступают из этой двухслойной структуры.

Таким образом, комбинирование в одном приборе АСМ, СБОМ и КРС обеспечивает возможность относительно простого неразрушающего исследования физико-химических свойств гетерогенных материалов с высоким разрешением. ■



Polymers play an essential role in modern materials science. Due to their widely varying mechanical and chemical properties they are used in almost every field of application and remain a dynamic component of the development of new materials with demanding requirements. For many of these endeavors, knowledge of the morphology and chemical composition of heterogeneous polymeric materials on a sub-micrometer scale is crucial. We used a combination of Atomic Force Microscopy (AFM), Scanning Near-field Microscopy (SNOM) and confocal Raman imaging to study the composition of a three-component polymer blend.

While AFM operated in tapping mode recorded topographic information and local mechanical characteristics, SNOM detected optical properties with resolution far below the diffraction limit and Raman imaging revealed the molecular composition of the sample. Coupling these methods, correlated AFM – SNOM – confocal Raman microscopy, opens new avenues for

the development and analysis of advanced polymeric materials that require a detailed understanding of physical and chemical properties on a sub-micrometer scale.

The phase separation of a thin film blend of 1:1:1 polystyrene (PS), styrene-butadiene-rubber (SBR) and ethyl-hexyl acrylate (EHA) was analyzed with a WITec alpha 300 RAS microscope featuring all three analysis methods integrated within one instrument. The sample, spin coated onto glass, remained in place throughout, allowing for images to be correlated. The WITec Control software enables a comprehensive evaluation of the acquired data and the generation of depth profiles.

The topography of the sample measured with AFM reveals a three-level structure (a) while the simultaneously recorded phase image (b) shows a fine netlike texture at the lowest topographic level, material containing small spheres in the intermediate layer and an amorphous pattern in the uppermost substance. The SNOM image acquired from the same sample

section indicates that the thinnest areas of the samples are opaque (c). These areas contain EHA only, as can be inferred from the Raman image (d) that was generated from the Raman spectra (e). The uppermost features of the sample appear to be PS, which is known to form spheres. The perfect correlation of topography, phase separation, SNOM and molecular composition is illustrated by the overlay of the AFM phase and Raman images (f).

We correlated all structural, physical and chemical data and in our interpretation the EHA forms the lowermost layer on the microscope slide. It is covered by a layer of SBR as indicated by the blended (EHA-SBR) Raman spectrum. PS spheres are submerged in and protrude out of this double layer polymer film.

The combination of AFM, SNOM and confocal Raman imaging in a single instrument enables easy-to-use, nondestructive, physical and chemical characterization of heterogeneous materials at very high resolution. ■

НОВЫЕ КНИГИ ИЗДАТЕЛЬСТВА "ТЕХНОСФЕРА"



Цена 1300 руб.

ДИСПЕРСИОННОЕ ЯДЕРНОЕ ТОПЛИВО

Алексеев С.В., Зайцев В.А., Толстоухов С.С.

В книге приведены сведения о роли дисперсионного топлива в ядерной энергетике. Кратко рассмотрены данные о применении дисперсионного ядерного топлива в реакторах различного назначения. Обобщены данные по свойствам и технологии получения дисперсионного ядерного топлива, в том числе для «сжигания» избыточного плутония.

Книга предназначена для научных работников и инженеров, работающих в области исследования и применения ядерного топлива.

М.: ТЕХНОСФЕРА,
2015. – 248 с.
+ 8 с. цв. вкл
ISBN 978-5-94836-428-5

КАК ЗАКАЗАТЬ НАШИ КНИГИ?

✉ 125319, Москва, а/я 91; ☎ (495) 234-0110; 📠 (495) 956-3346; ✉ knigi@technosphaera.ru, sales@technosphaera.ru