

Predmet: **Experimentálne metódy**

Bratislava, 11. októbra 2021

Mikroskopia atomárnych a magnetických síl

Milan Pavúk

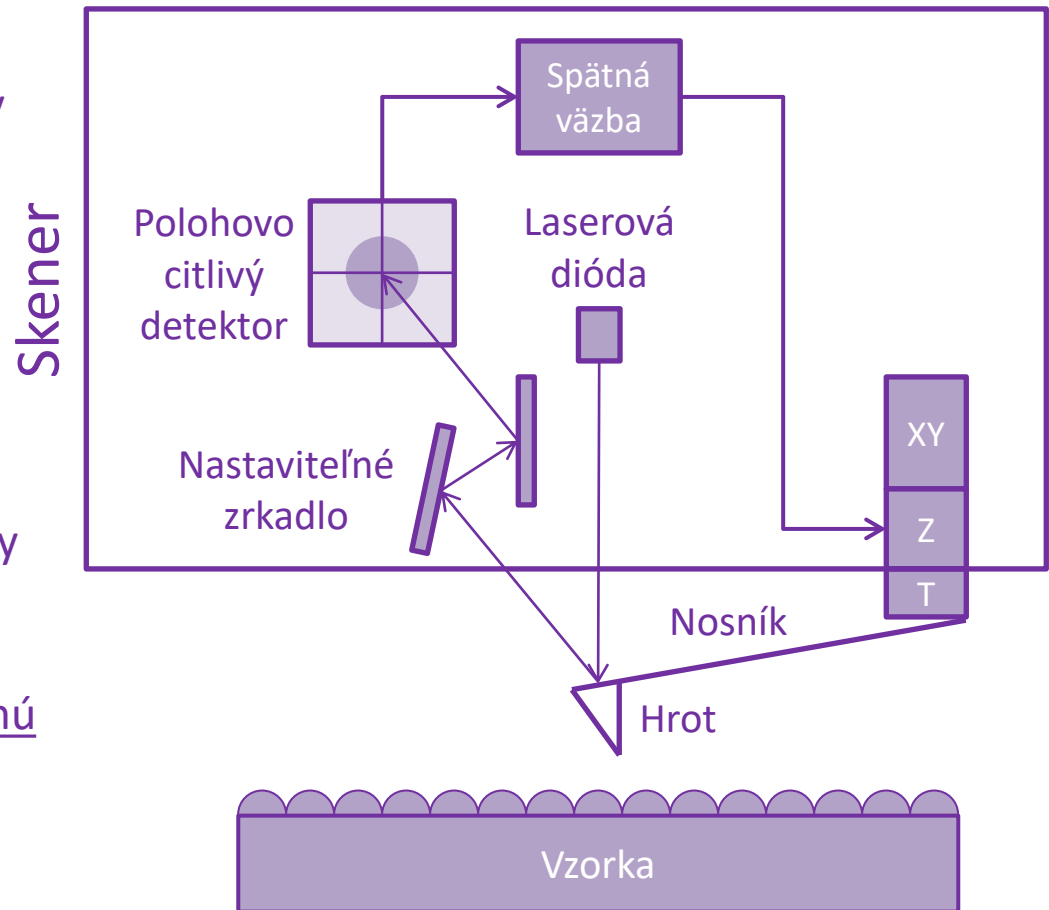
Ústav jadrového a fyzikálneho inžinierstva,
Fakulta elektrotechniky a informatiky STU v Bratislave

Atómový silový mikroskop

- Zariadenie využívané najmä na štúdium povrchových vlastností vzoriek

Princíp činnosti:

- ostrý hrot rastruje povrch vzorky
- odpudivé alebo príťažlivé sily medzi hrotom a vzorkou spôsobujú priehyb nosníka
- priehyb nosníka sa prejaví posunom stopy odrazeného laserového lúča
- (systém sleduje zmeny amplitúdy kmitania alebo rezonančnej frekvencie a pomocou spätnej väzby ich nastavuje na konštantnú úroveň)
- pohyb skenera vo vertikálnom smere slúži na generovanie topografie povrchu

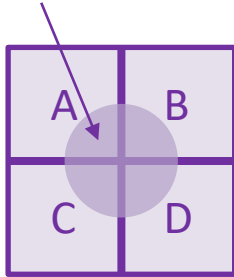


G. Binnig, C. F. Quate a Ch. Gerber (z IBM):
Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 930.

Polohovo citlivý detektor

4-kvadrantová Si fotodióda:

stopa lúča



A , B , C , a D sú fotoprúdy merané na každom kvadrante diódy

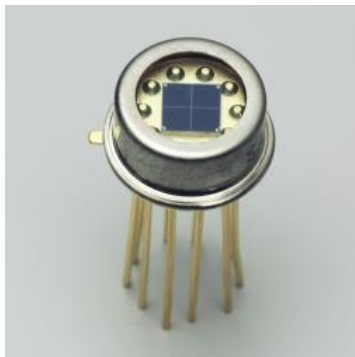
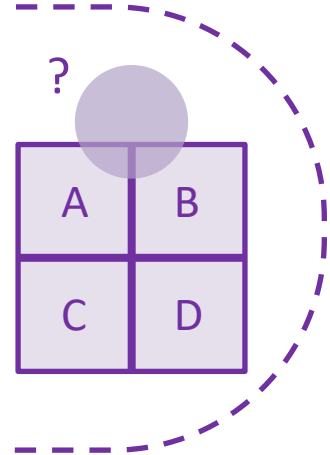
Priehyb nosníka:

$$Y = \frac{(A + B) - (C + D)}{A + B + C + D}$$

Skrut nosníka:

$$X = \frac{(B + D) - (A + C)}{A + B + C + D}$$

normovanie



Príklad: Si PIN fotodióda od **HAMAMATSU**, model S4349

Celková fotocitlivá plocha: $3 \times 3 \text{ mm}^2$

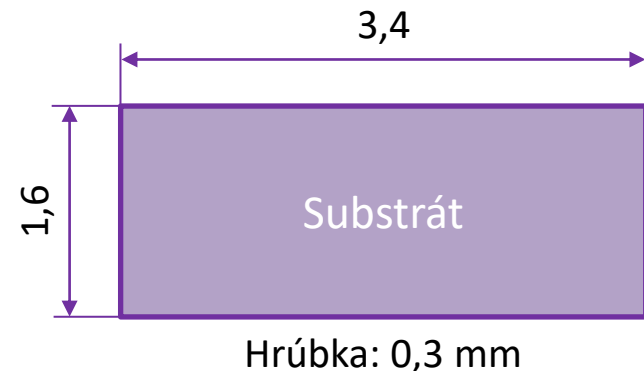
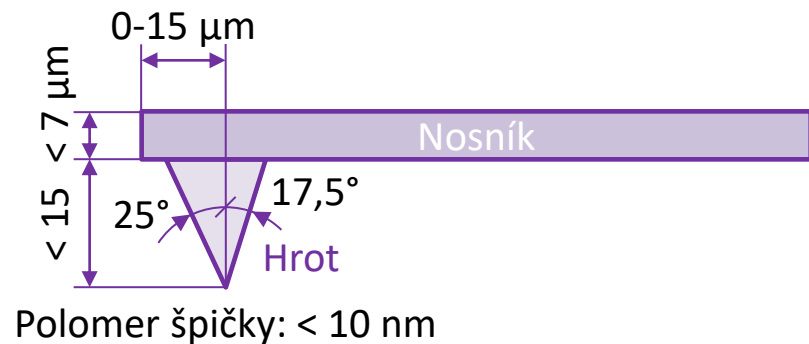
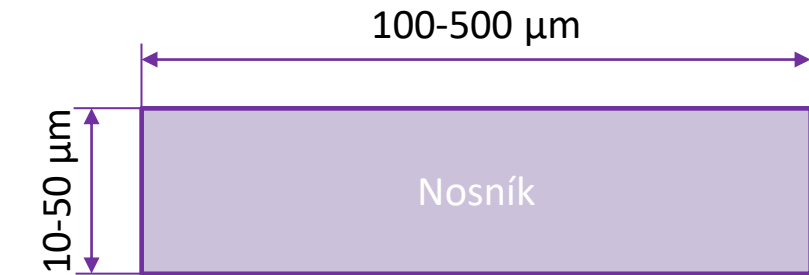
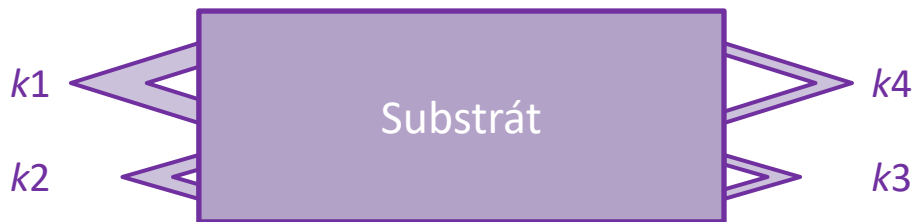
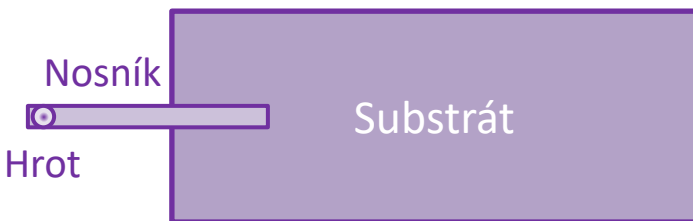
Šírka medzery medzi kvadrantmi: 0,1 mm

Sonda

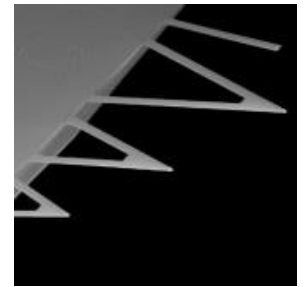
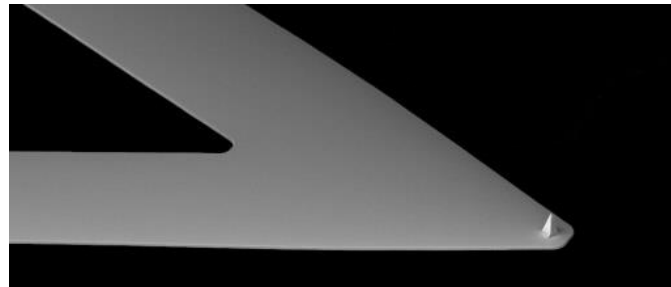
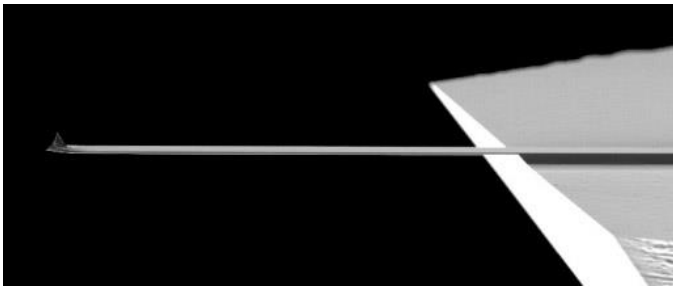
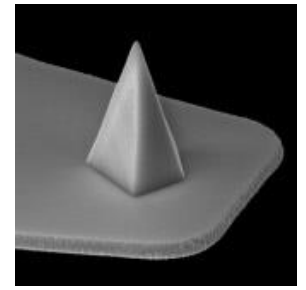
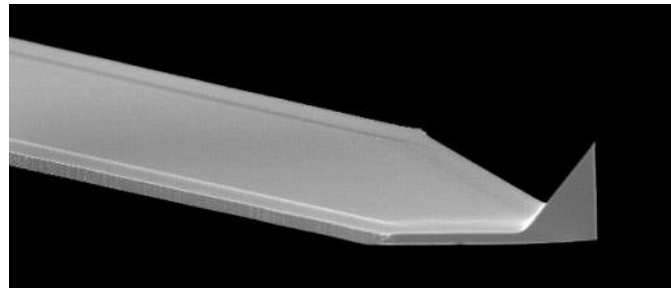
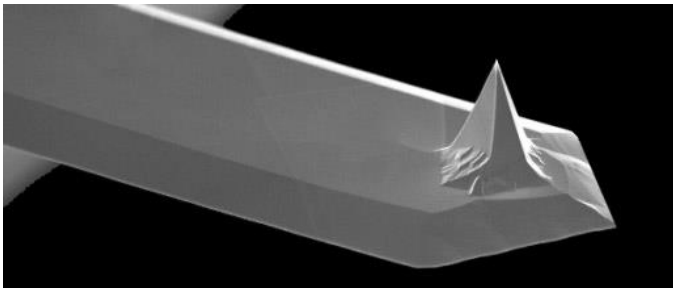
- Sondy sú zvyčajne vyrobené z kremíka (Si) alebo nitridu kremíka (Si_3N_4)

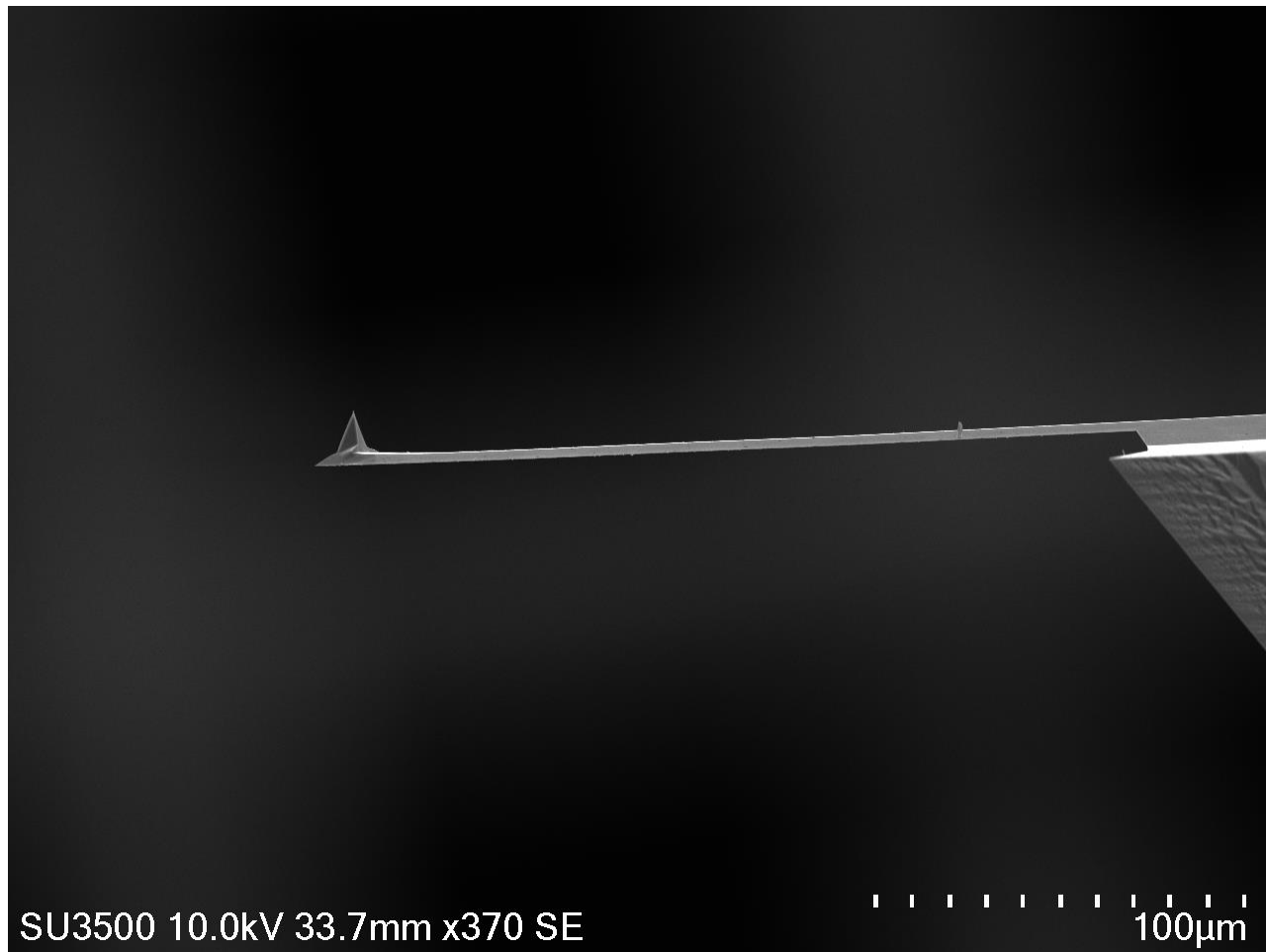
Na každý typ vzorky je špecifická sonda.

Sú sondy na mäkké vzorky, na tvrdé vzorky, na magnetické vzorky (hroty s rôzne veľkým magnet. momentom alebo koercivitou), určené pre niektorý(é) z režimov prevádzky mikroskopu. Môžu byť pokryté povlakmi, mať špecifickú geometriu hrotu a pod.



Sondy s rôznou geometriou hrotu a nosníka





Povlaky na hrote a nosníku

- Menia vlastnosti sondy. Sonda môže a nemusí mať povlak. Závisí to od jej typu a modelu.

Povlaky môžu byť nanosené **na strane:**

- **hrotu** (strana obrátená k povrchu vzorky), kde zabezpečujú:
 - **vodivosť sondy:** potrebná pri nanolitografii (lokálnou anodickou oxidáciou) a pri niektorých technikách AFM, ako sú: *Conductive AFM (C-AFM)*, *Electrostatic Force Microscopy (EFM)*, *Scanning Spreading Resistance Microscopy (SSRM)* a *Scanning Capacitance Microscopy (SCM)*
 - **magnetické vlastnosti hrotu:** potrebné pri *Magnetic Force Microscopy (MFM)*
 - **mechanické vlastnosti:** predlžujú životnosť hrotu (ale zväčšujú jeho priemer)
 - **chemické vlastnosti:** *Chemical Force Microscopy (CFM)*
- **nosníka** (strana obrátená k detektoru) - zvyšujú odrazivosť lasera
 - reflexný povlak na nosníku je obzvlášť výhodný pri tenkých (až čiastočne priesvitných) nosníkoch a zároveň lesklých povrchoch vzoriek

Nevýhoda povlakov: majú odlišný koeficient teplotnej rozťažnosti ako materiál nosníka (nastáva „bimetálový“ jav).

Zloženie povlakov sondy

Reflexné povlaky:

- najčastejšie Al, Au*
← **odrazivosť**

*) nanosený na adhéznej vrstve z Cr alebo Ti

Elektricky vodivé povlaky:

← **el. vodivosť**

- Au, PtIr, TiN, polykryštalický diamant dopovaný B alebo N

tvrdosť →

Nevodivé tvrdé povlaky:

- Amorfny uhlík (Diamond-Like Carbon = DLC)

Magnetické povlaky:

- CoPtCr, CoCr, Co**, NiFe (Permalloy)

← **koercivita**

**) skrytý pod povlakom z Cr, ktorý chráni mag. vrstvu voči oxidácii

Hrúbky povlakov:

- polykryštalický diamant (100 nm)
- magnetické povlaky (20-60 nm)
- ostatné povlaky (20-30 nm)

Režimy prevádzky AFM mikroskopu

- **Kontaktný** – konštantná sila (t.j. konštantný priehyb nosníka) alebo výška
- **Prerušovaný kontaktný** (tzv. *Tapping*) – konštantná amplitúda kmitov
- **Bezkontaktný režim** – konštantná amplitúda kmitov alebo rezonančná frekvencia

Režim *Tapping* (najpoužívanejší):

Výhody:

- Vyššie laterálne rozlíšenie
- Slabšie sily = menšie poškodenie mäkkých vzoriek

Nevýhody:

- Menšie rýchlosti skenovania v porovnaní s kontaktným režimom

Kontaktný režim:

Výhody:

- Vysoké rýchlosti skenovania
- Umožňuje detegovať trenie

Nevýhody:

- Laterálne sily vyvíjané na vzorku ju môžu poškodiť + zmeniť obraz povrchu
- Citlivý na pôsobenie kapilárnych síl

Bezkontaktný režim:

Výhody:

- Šetrný k hrotu aj vzorke

Nevýhody:

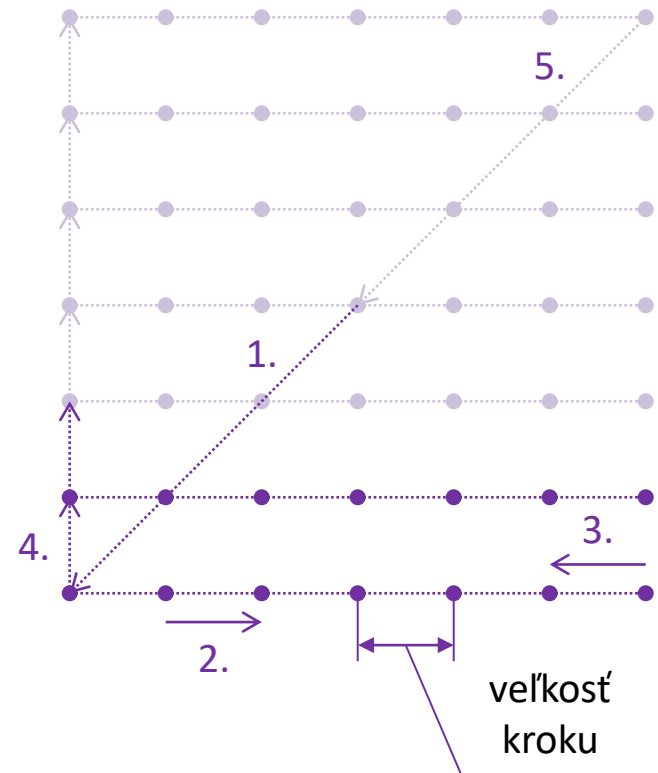
- Zvyčajne vyžaduje vákuum

Rastrovanie povrchu

Postup získavania obrazu:

1. presun sondy z východiskovej polohy do ľavej-spodnej časti skenovanej plochy
 2. zosnímanie topografie v jednej línii. Meranie prebieha v diskrétnych bodoch
 3. návrat naspäť po tej istej dráhe. Sonda opätovne vykonáva na tejto dráhe merania
 4. presun do ďalšieho riadku. **Kroky 2. až 4. sa opakujú**, až dokým sa nezmeria celá skenovaná plocha
 5. návrat do východiskovej polohy
- každé meranie v diskretnom bode = jeden bod obrazu

- Veľkosť kroku je daná veľkosťou skenovanej plochy a rozlíšením obrazu



Atómový silový mikroskop a jeho komponenty



Atómový silový mikroskop a jeho komponenty

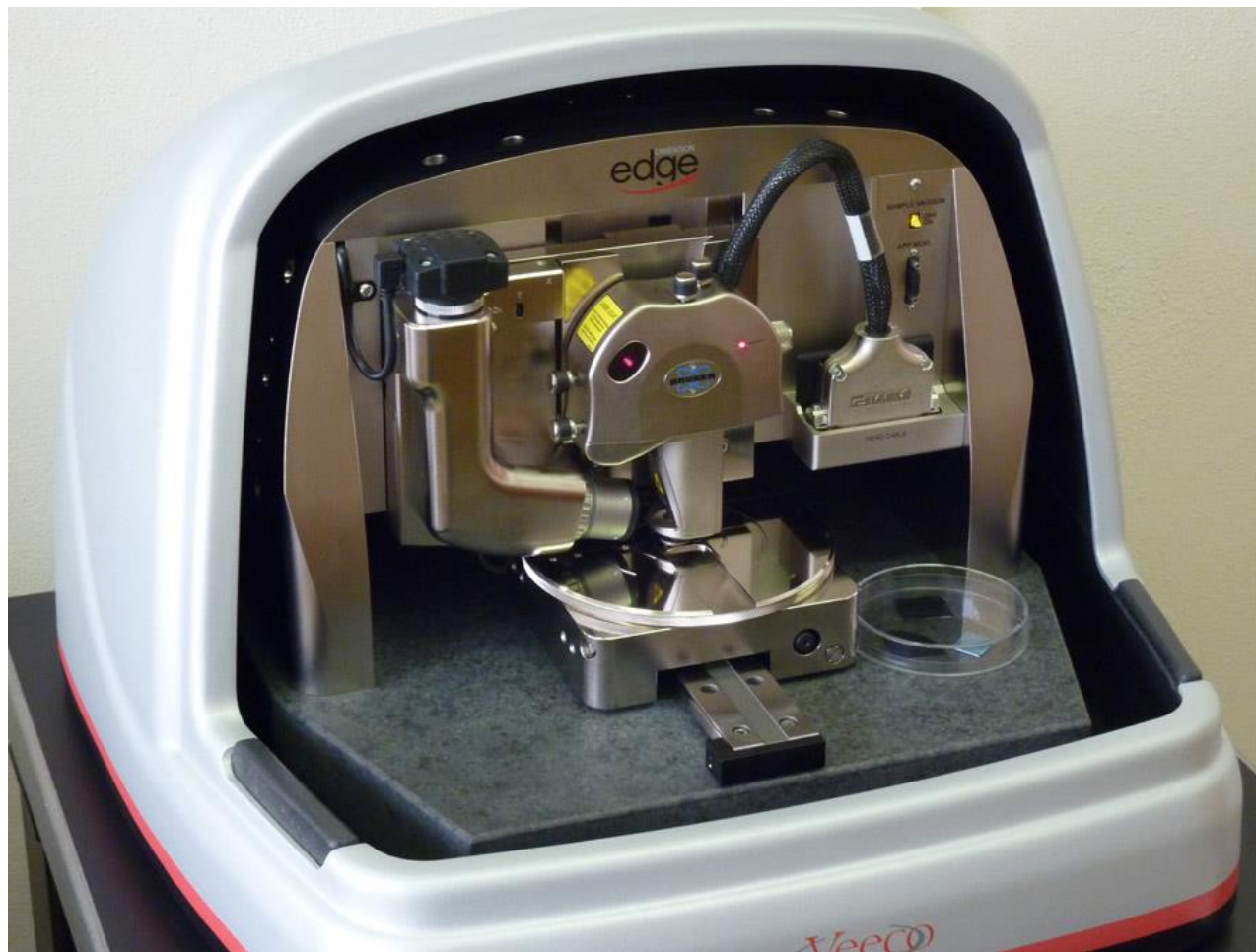
Miestnosť s mikroskopom



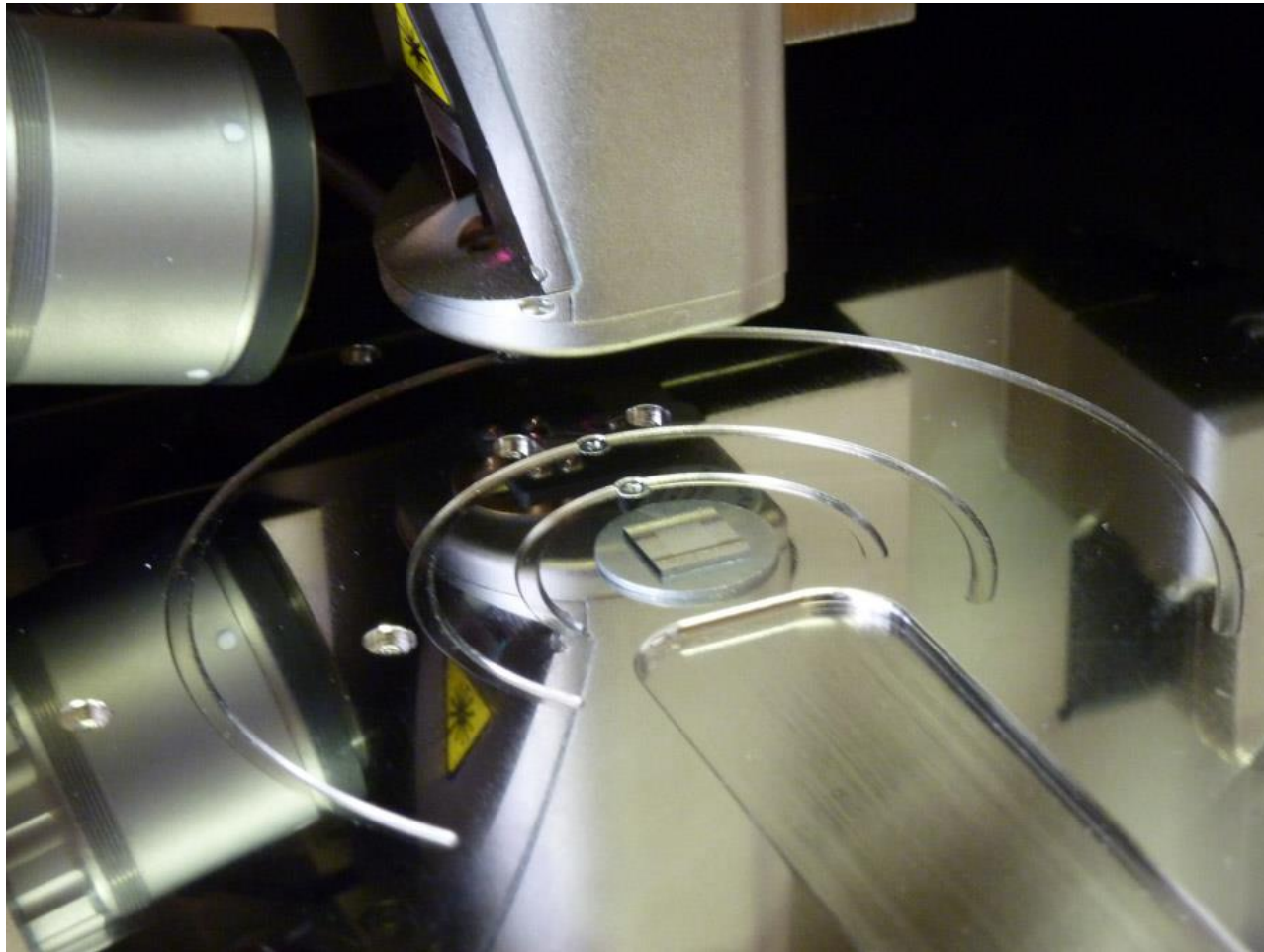
Vedľajšia miestnosť



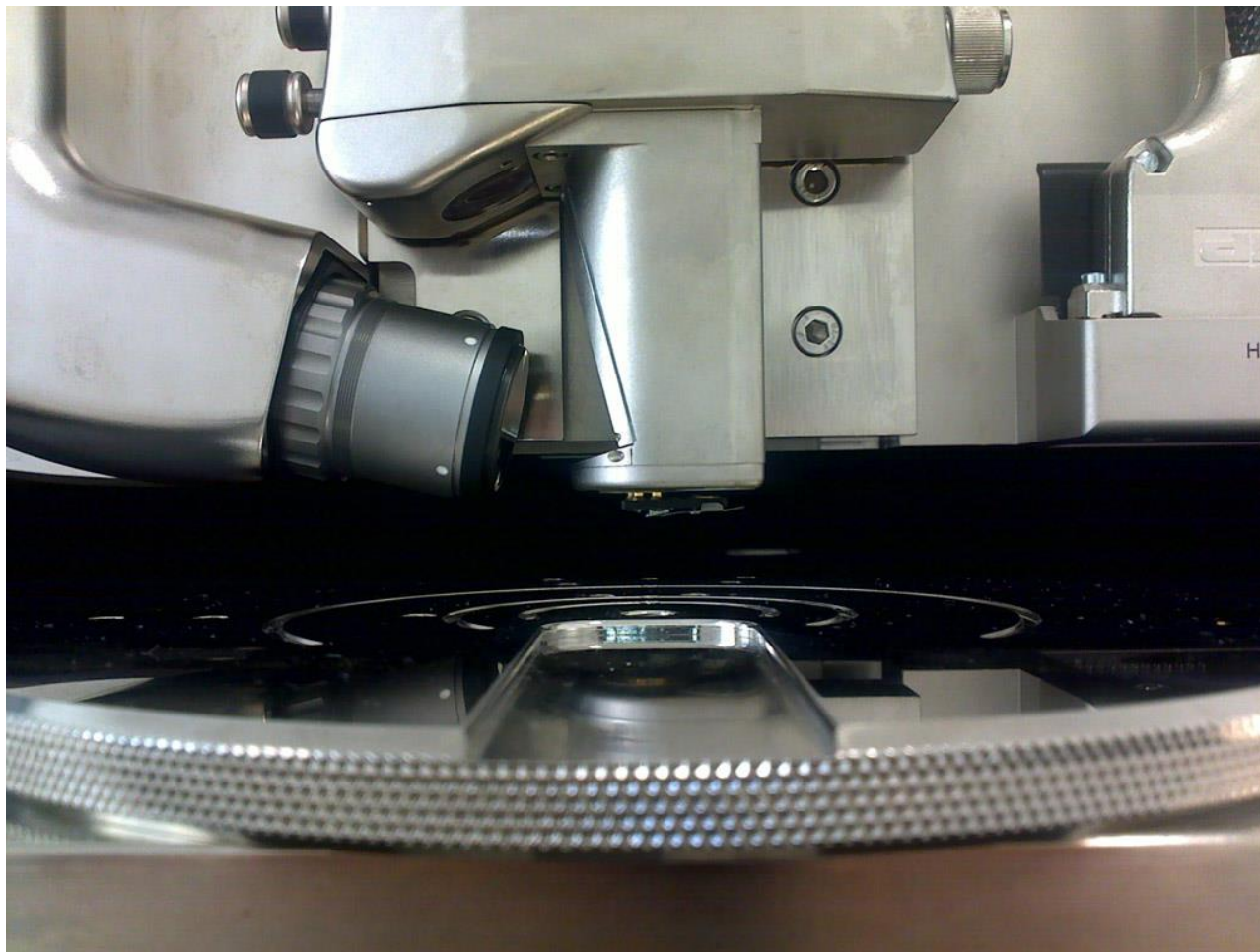
Atómový silový mikroskop Veeco Dimension Edge™



Atómový silový mikroskop Veeco Dimension Edge™



Atómový silový mikroskop Veeco Dimension Edge™

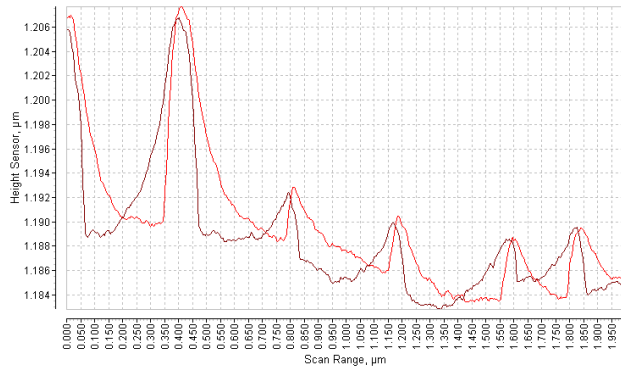
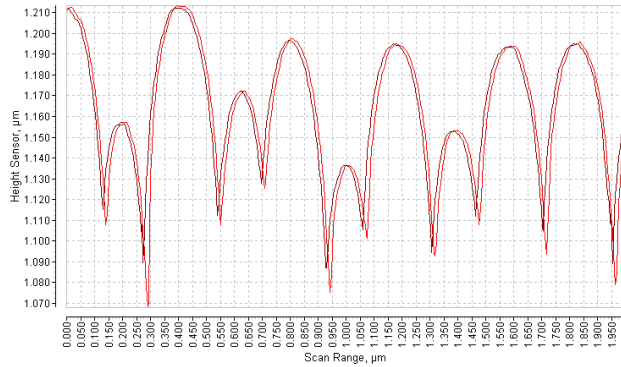


Sonda uchytená v skenovacej hlave



Parametre skenovania

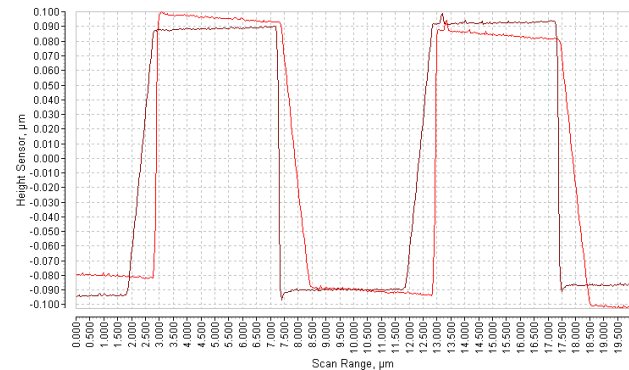
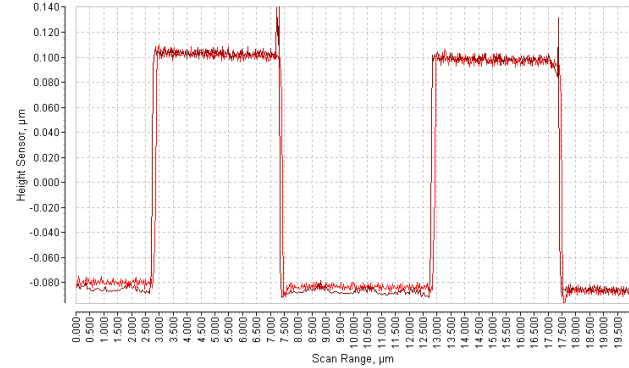
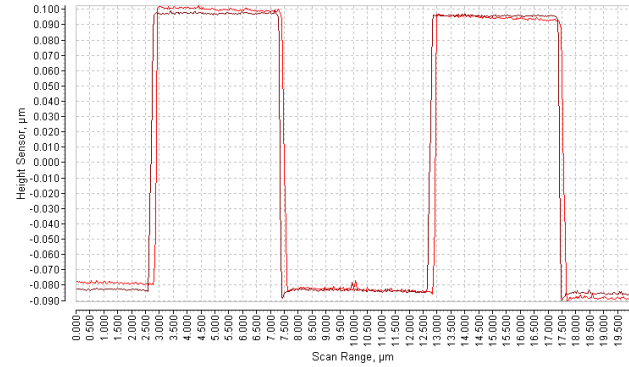
Prítlačná sila



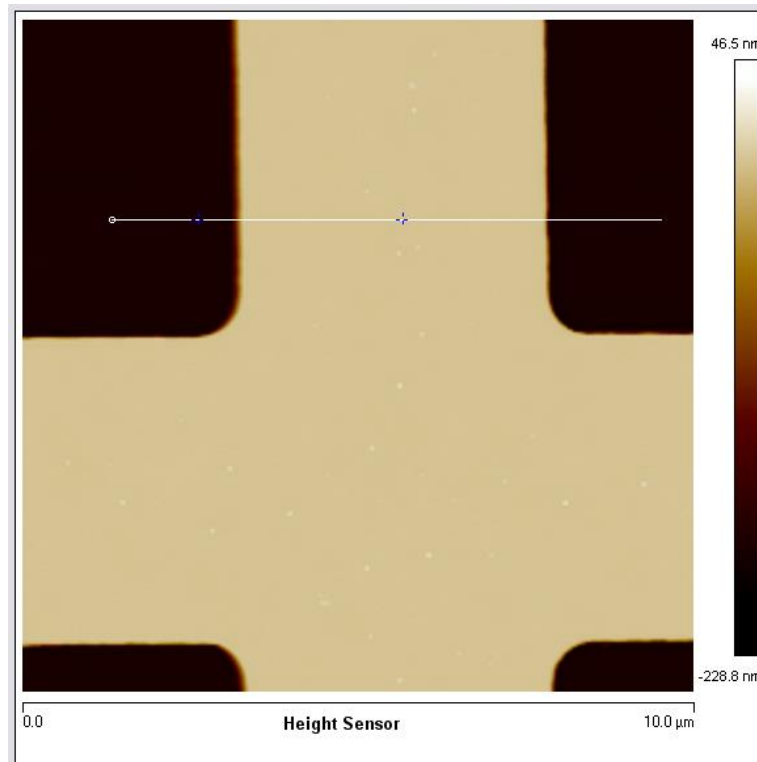
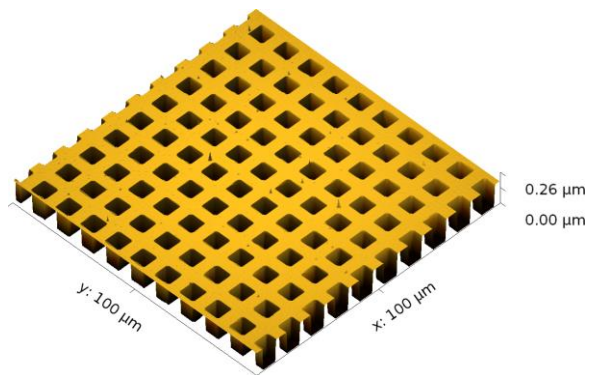
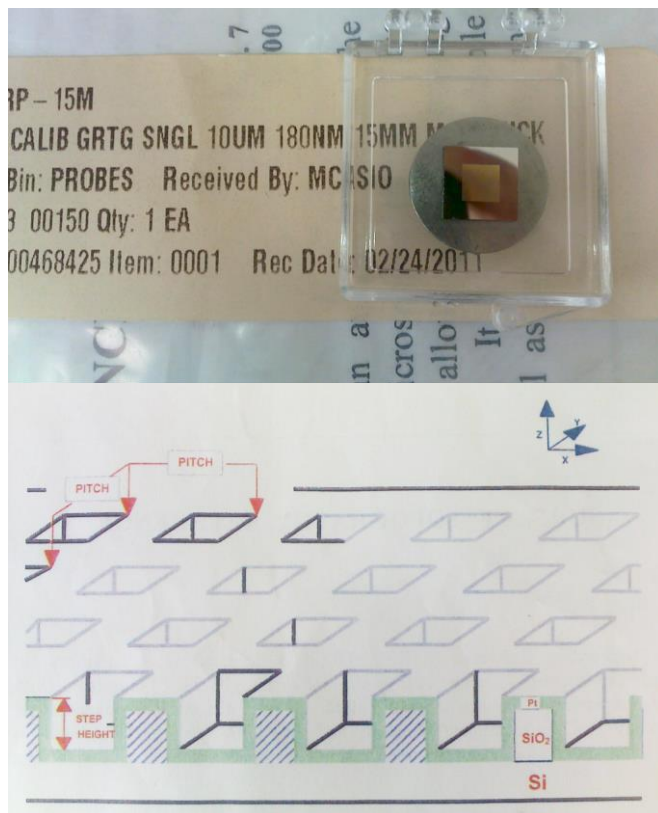
Ďalšie parametre:

- Rezonančná frekvencia
- Amplitúda voľných oscilácií
- Rýchlosť skenovania

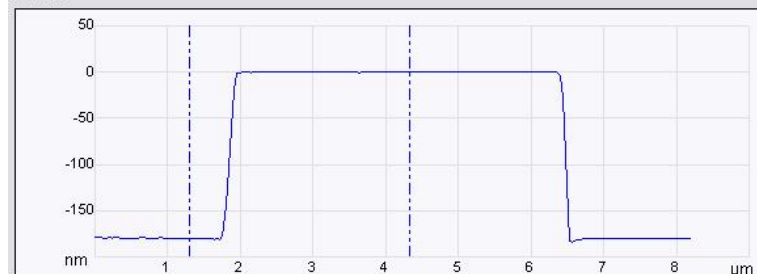
Spätná väzba



Kalibráció mikroszkopu



Section



| Pair | Horizontal Distance | Vertical Distance | Surface Distance | Angle | Rmax | Rz |
|------|-------------------------|-------------------|-------------------------|--------------------|------------|----|
| 1 | 3.059 (μm) | 179.999 (nm) | 3.129 (μm) | 3.368 ($^\circ$) | 180.996... | 0. |

Čistenie kalibračnej mriežky



Kvantitatívna analýza obrazu

Vybrané veličiny charakterizujúce povrch:

- drsnosť
- (špecifická) plocha
- (špecifický) objem

Charakterizujúce objekty v obraze:

- (priemerná) výška výstupkov
- priemer alebo laterálne rozmery výstupkov (menej presný údaj ako výška)
- perióda (napr. pásovej doménovej štruktúry)

Štatistické funkcie:

- distribúcia výšky
- priebeh výkonovej spektrálnej hustoty (PSDF = *Power Spectral Density Function*)

Drsnost' povrchu [m]

R_a = Average Roughness

- Stredná odchýlka výšky od aritmetického priemeru:

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |\Delta z_i|$$

kde

$$\Delta z_i = z_i - \bar{z}, \quad \bar{z} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i$$

n - počet bodov v obraze [-]

Δz_i - odchýlka výšky v i -tom bode obrazu od aritmetického priemeru [m]

z_i - výška v i -tom bode obrazu [m]

\bar{z} - aritmetický priemer výšok [m]

R_q = Root-Mean-Square Roughness

- Stredná kvadratická odchýlka výšky od aritmetického priemeru:

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\Delta z_i)^2}$$

viac citlivá na
individuálne zmeny v
topografii

MIKROSKOPIA
MAGNETICKÝCH SÍL
(MFM)

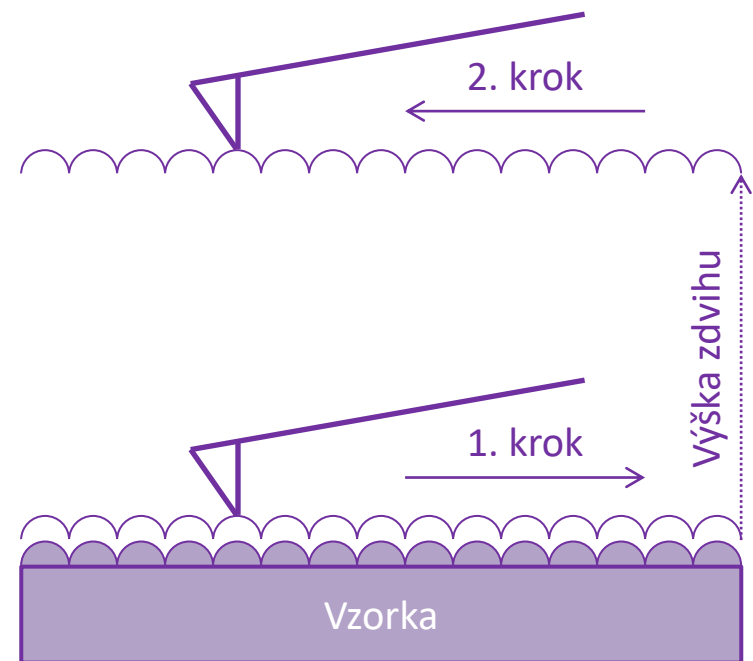
Princíp MFM

- MFM je režim prevádzky AFM mikroskopu
- Sonda je pokrytá tenkou vrstvou feromagnetika (napr. Co)

Meranie prebieha v 2 krokoch:

- **1. krok** – v jednej línii sa zosiema topografia. Hrot sa oddiali do prednastavenej vzdialenosti, kde sa predpokladá, že prevláda pôsobenie magnetických síl (**výška zdvihu**).
- **2. krok** – sonda sa vracia späť po dráhe, ktorá kopíruje už zaznamenaný priebeh topografie. Pôsobením magnetických síl dochádza k zmenám v oscilácii nosníka. Zaznamenávajú sa zmeny vo fáze oscilácie, alebo amplitúde kmitov nosníka

- MFM sonda je citlivá iba na magnetickú silu v smere normály → nejednoznačnosť pri určovaní orientácie magnetických momentov

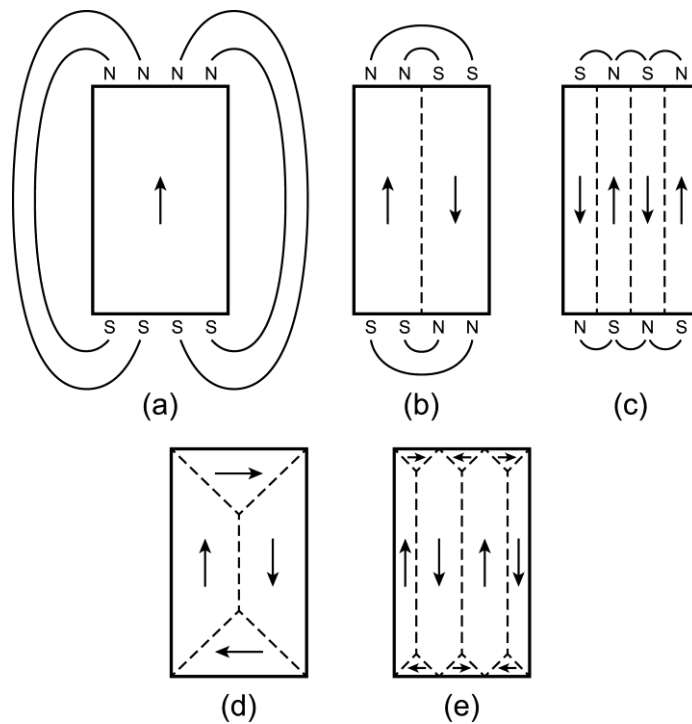


Y. Martin a H. K. Wickramasinghe (z IBM):

Appl. Phys. Lett. 50 (1987) 1455;

J. J. Sáenz *et al.*: *J. Appl. Phys.* 62 (1987) 4293.

Magnetické domény



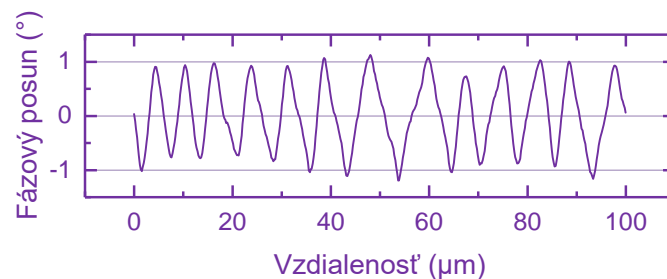
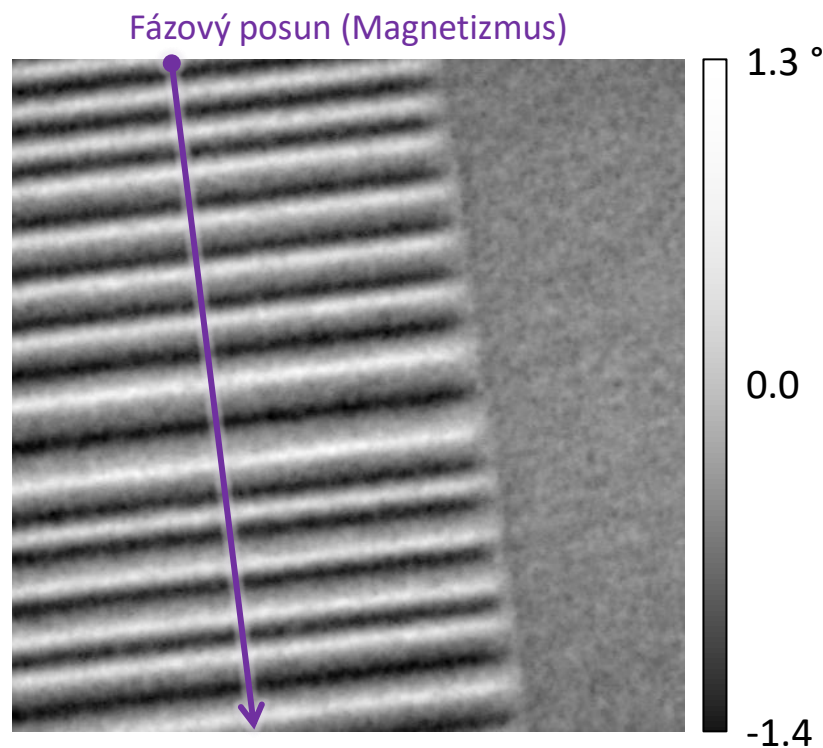
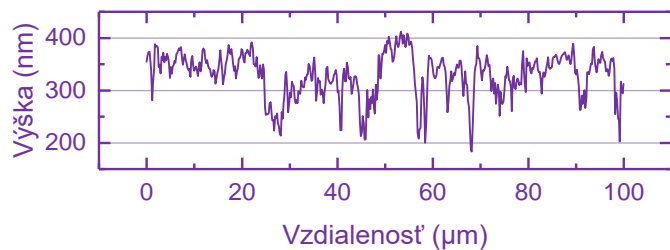
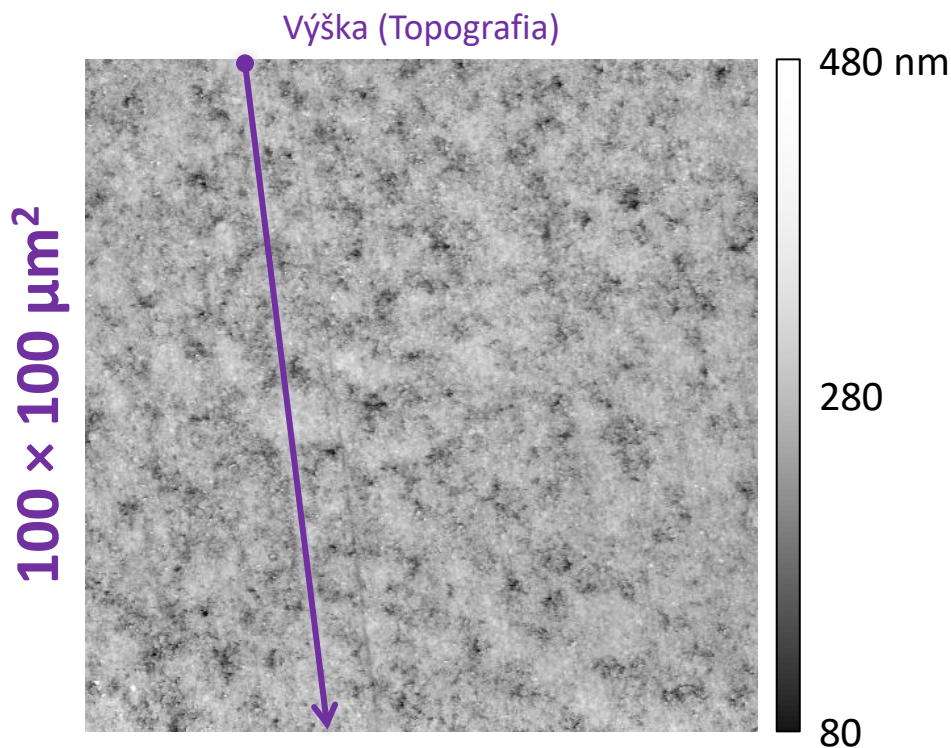
C. Kittel: Physical Theory of Ferromagnetic Domains,
Rev. Mod. Phys. 21 (1949) 541.

Ukážka MFM: 5¼ palcová disketa

06/2012

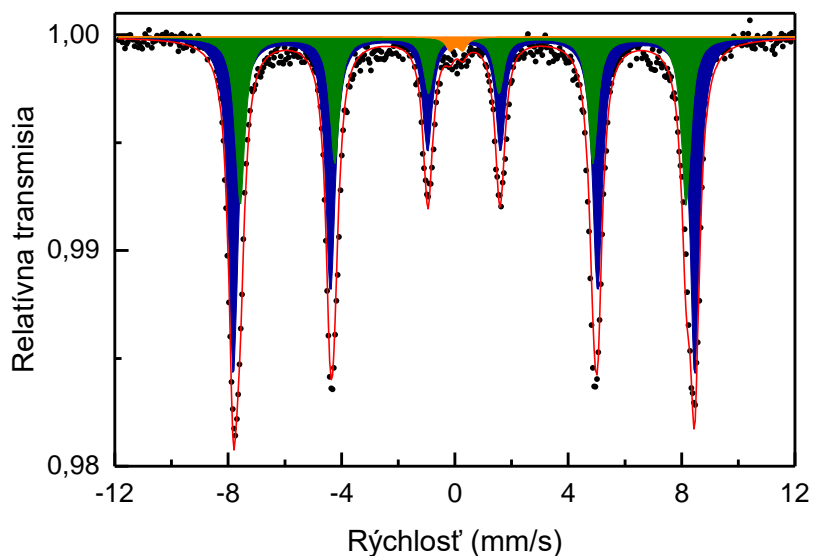
Disketa od firmy Verbatim s obojstranným zápisom, model Verex™

MAGNETICKÝ MATERIÁL: γ -Fe₂O₃, TVAR MAG. ČASTÍC: ihlicovitý

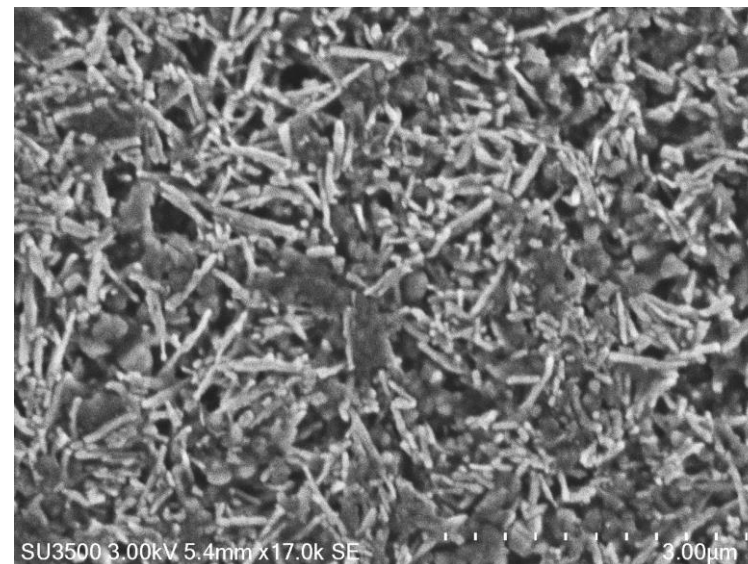


Disketa od firmy Verbatim s obojstranným zápisom, model Verex™
MAGNETICKÝ MATERIÁL: $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, TVAR MAG. ČASTÍC: ihlicovitý

Mössbauerove spektrum diskety (J. Dekan)



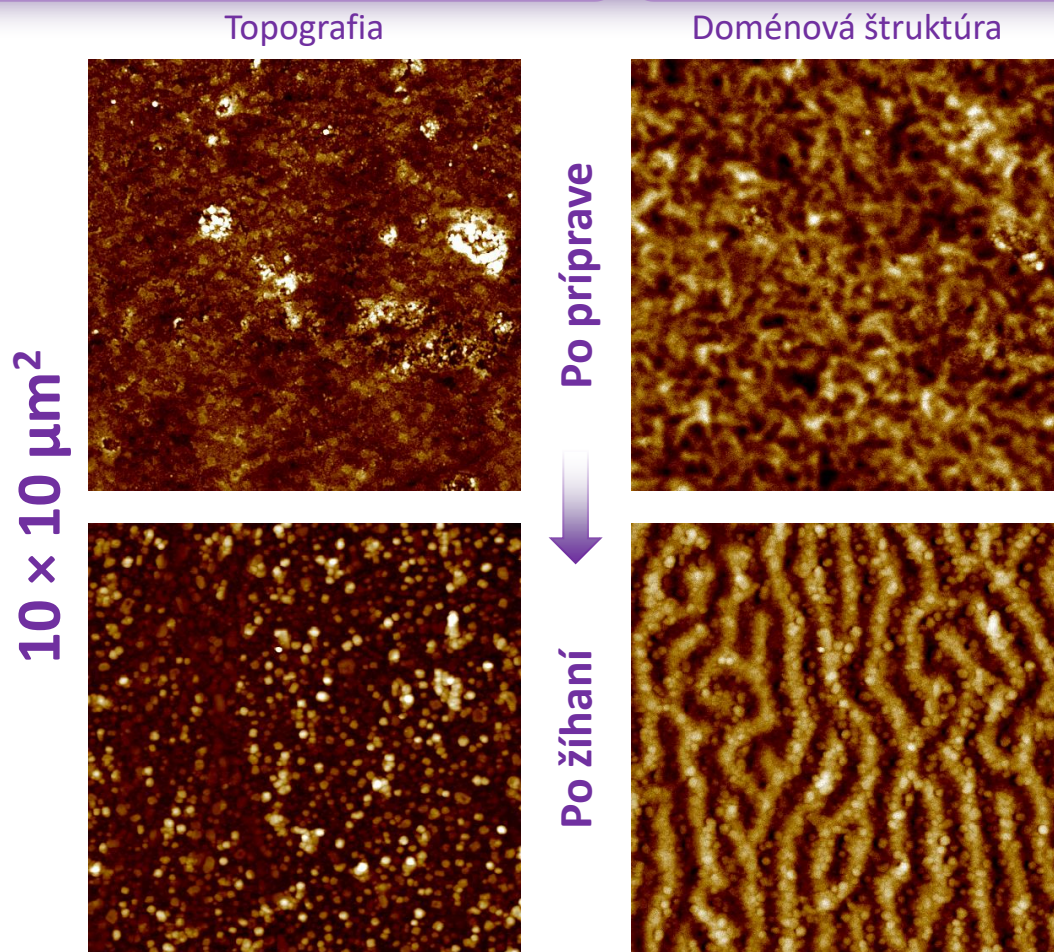
SEM snímka povrchu diskety



PREHĽAD VYUŽITIA AFM MIKROSKOPU NA ÚSTAVE ÚJFI

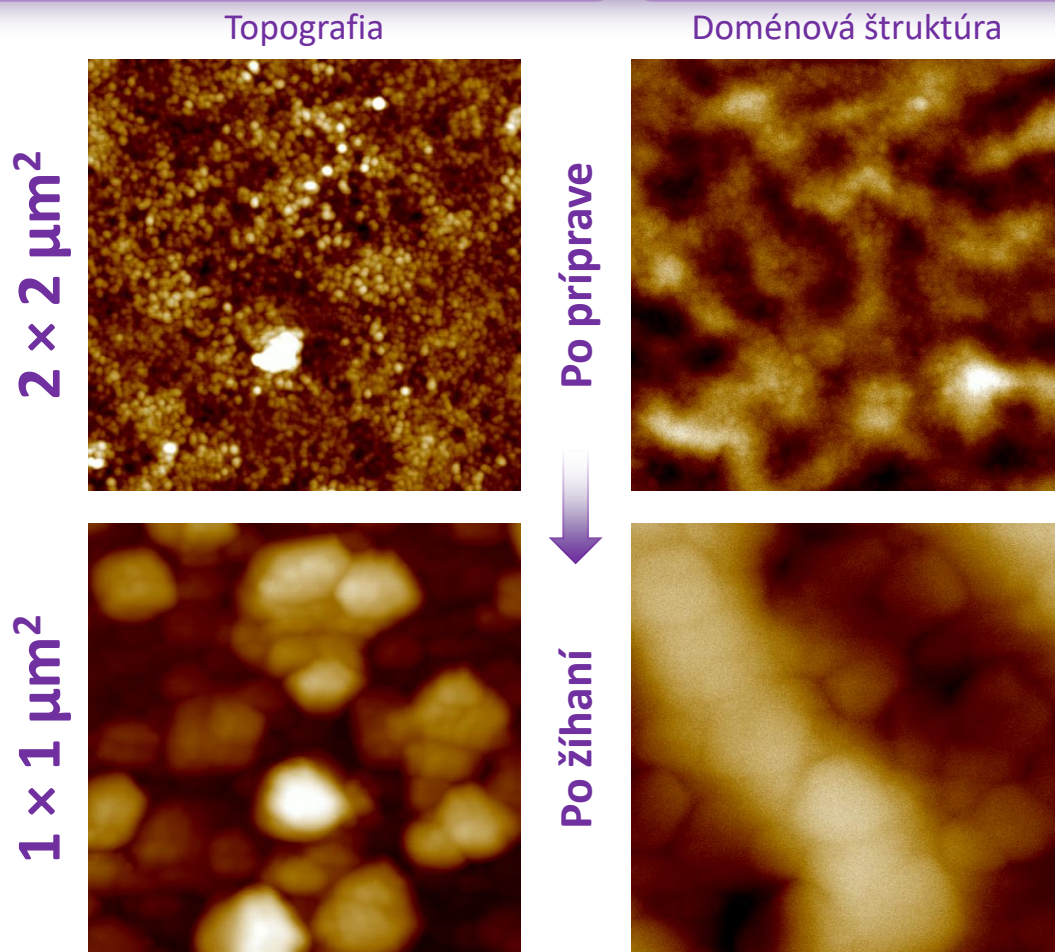
Spolupráca s **prof. Ing. Marcelom Miglierinim, DrSc.** (ÚJFI FEI)

ÚLOHA: Skúmať magnetické štruktúry zliatiny $^{57}\text{Fe}_{90}\text{Zr}_7\text{B}_3$ v stave po príprave a v stave po žíhaní



Spolupráca s **prof. Ing. Marcelom Miglierinim, DrSc.** (ÚJFI FEI)

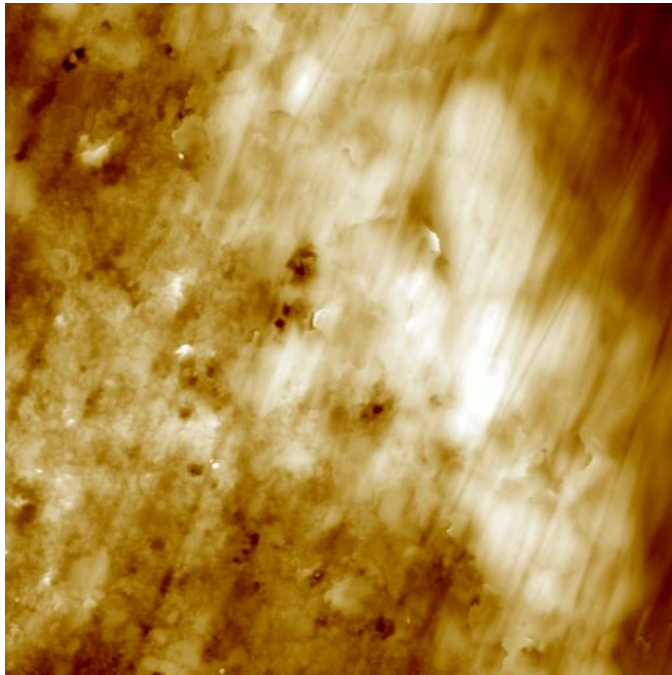
ÚLOHA: Skúmať magnetické štruktúry zliatiny $^{57}\text{Fe}_{90}\text{Zr}_7\text{B}_3$ v stave po príprave a v stave po žíhaní



Spolupráca so študentom **Bc. Borisom Brunnerom** (ÚJFI FEI)

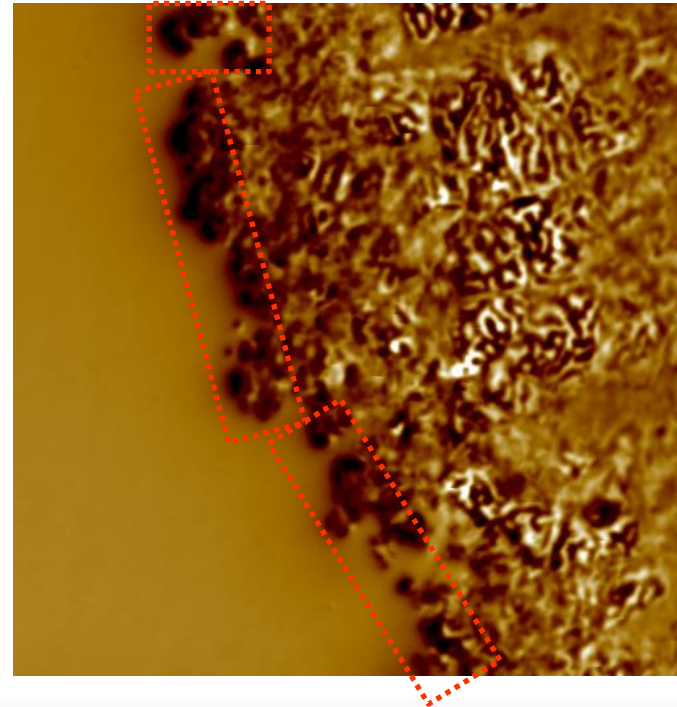
ÚLOHA: Vyšetriť rozhranie medzi jadrom supravodiča (MgB_2) jeho obalom (Fe)

Topografia



20 × 20 μm²

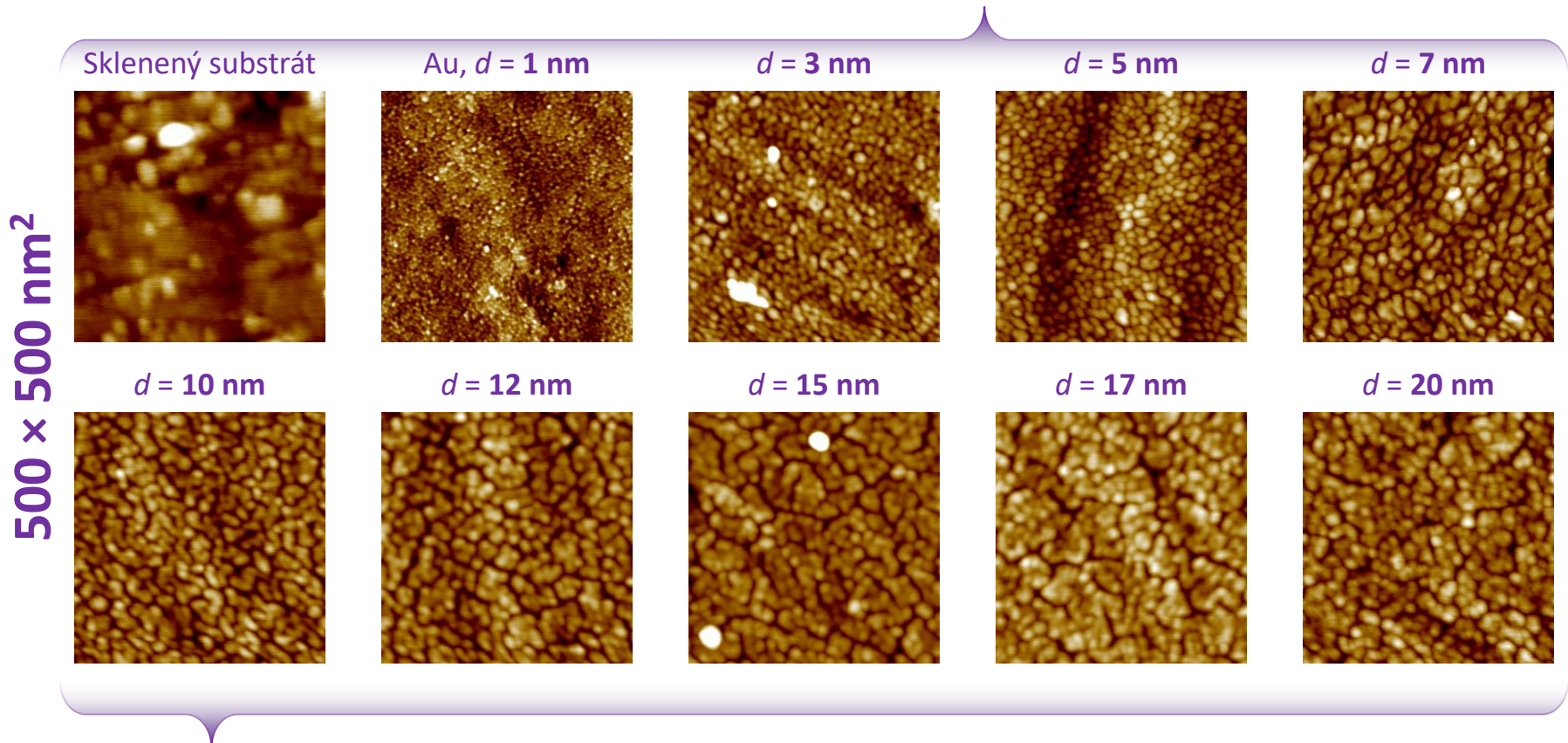
Doménová štruktúra



Priebehy v topografii a fáze porovnávané so simuláciou magnetického poľa na rozhraní dipól - vzduch

Spolupráca s **Doc. Martinom Weisom, PhD.** (ÚEF FEI)

ÚLOHA: Skúmať vývoj morfológie povrchu v závislosti od hrúbky d naparenej vrstvy Au



Sledované parametre:

1. Perióda
2. Priemerná drsnosť
3. Špecifická plocha povrchu



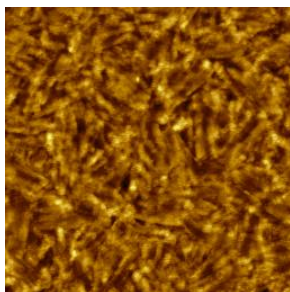
Porovnávané
s optickými
meraniami
(ÚEF FEI)

Spolupráca s **Doc. Martinom Weisom, PhD.** (ÚEF FEI)

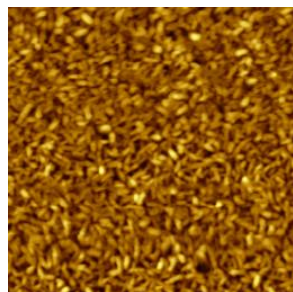
ÚLOHA: Hľadať súvis medzi morfológiou polovodiča a elektrickými vlastnosťami tranzistora

3 × 3 μm²

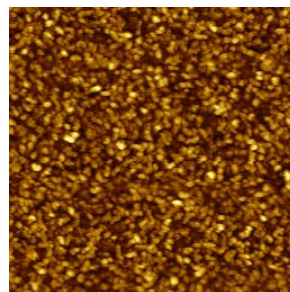
H2T26N



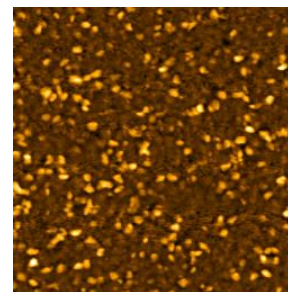
Dd2T26N



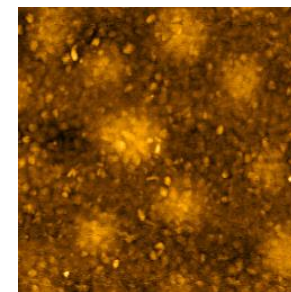
Cy2T26N



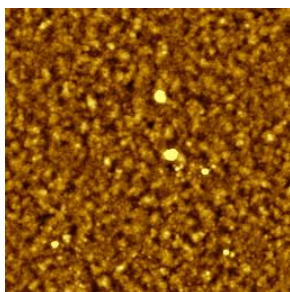
CyM2T26N



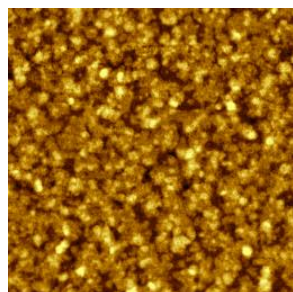
CyEt2T26N



EH2T26N



HD2T26N



- Tranzistory na základe derivátov naftalén-bitiofénu (2T26N)
- 7 rôznych materiálov polovodiča
- na 2 rozdielnych substrátoch:
 - hydrofilnom (SiO₂)
 - **hydrofóbnom** (SiO₂ pokrytý vrstvou HMDS)

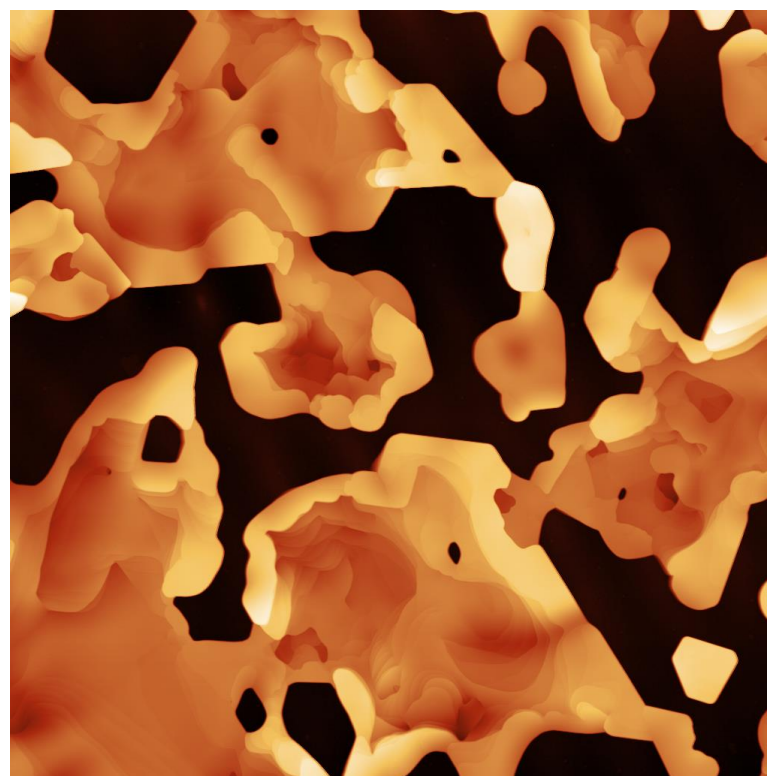
Ukázalo sa, že existuje súvis medzi kryštalinitou naparenej vrstvy a pohyblivosťou voľných nosičov náboja.

Spolupráca so študentom **Mgr. Ľubošom Cehlárikom** (PriF UK)

ÚLOHA: Vyšetriť morfológiu pripravených vzoriek

2,2'-Bis(4-(trifluoromethyl)phenyl)-4,4'-bithiazole

20 × 20 μm²



180 nm

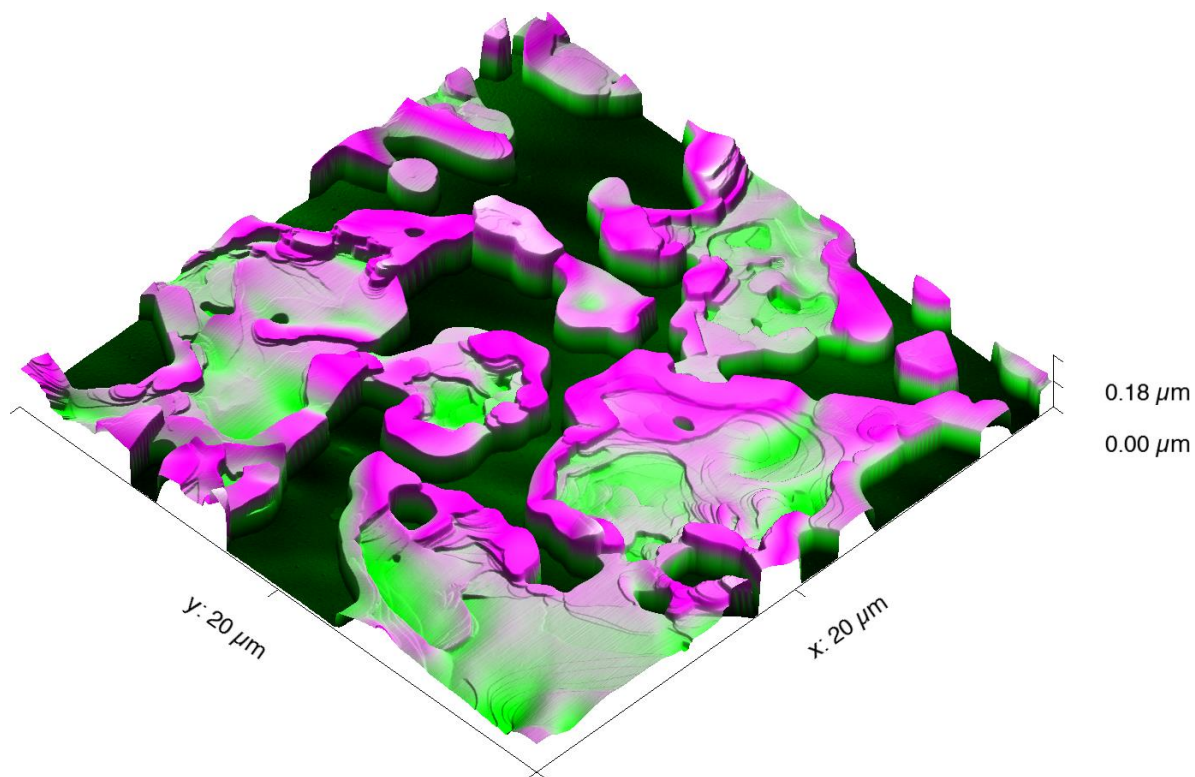
90

0

Spolupráca so študentom **Mgr. Ľubošom Cehlárikom** (PriF UK)

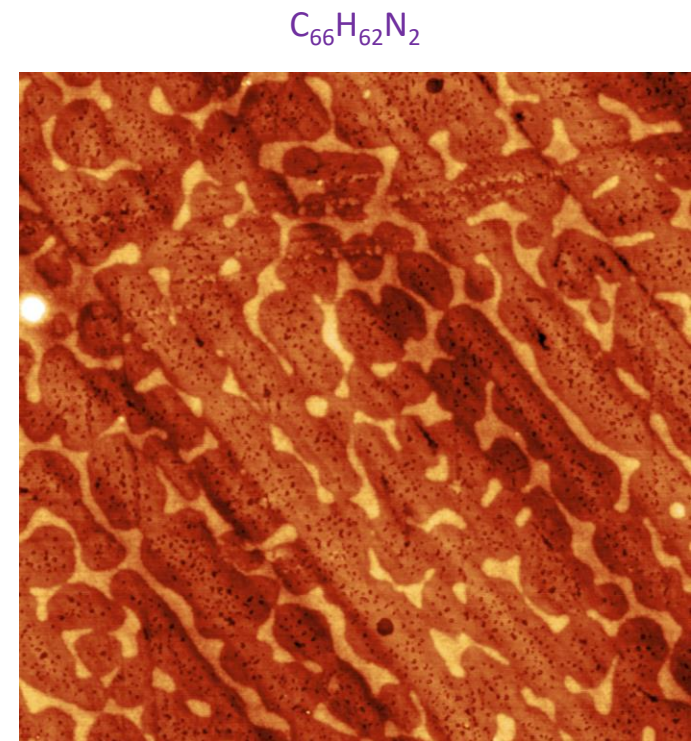
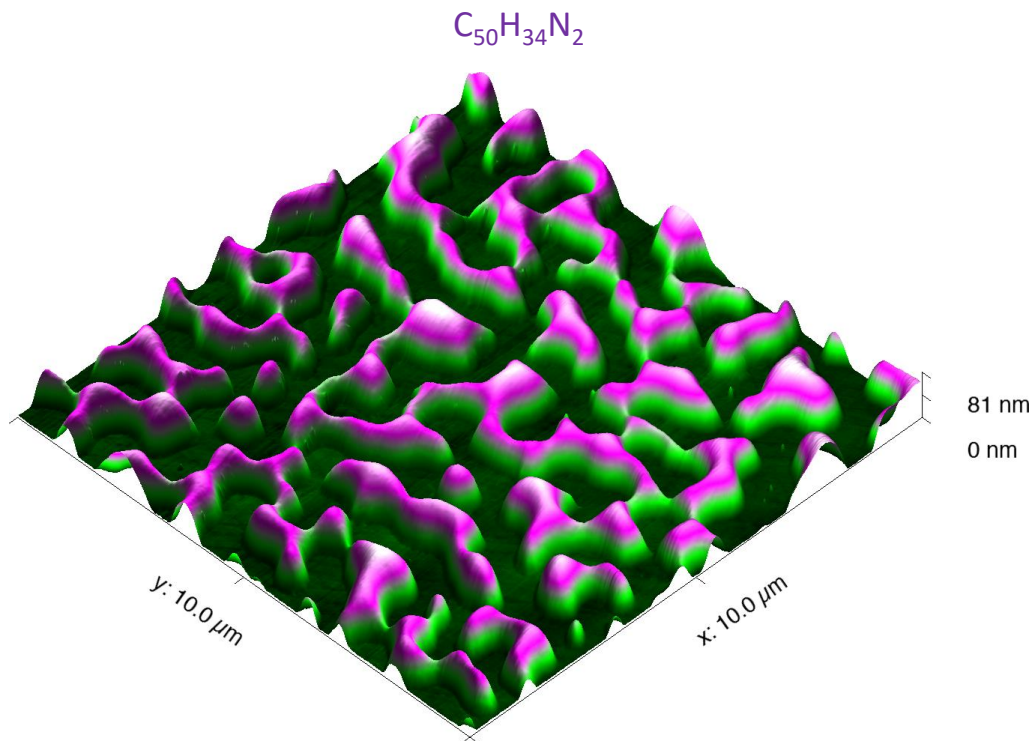
ÚLOHA: Vyšetriť morfológiu pripravených vzoriek

2,2'-Bis(4-(trifluoromethyl)phenyl)-4,4'-bithiazole



Spolupráca so študentom **Mgr. Lukášom Kernerom** (PriF UK)

ÚLOHA: Vyšetriť morfológiu pripravených vzoriek



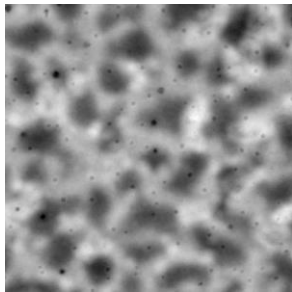
Feroelektrický kopolymér P(VDF-TrFE)

10/2014

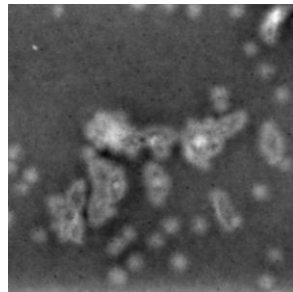
Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky

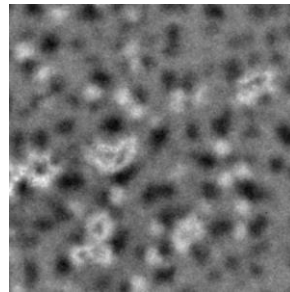
RT



100 °C

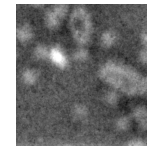


110 °C

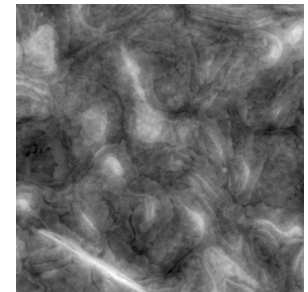


120 °C

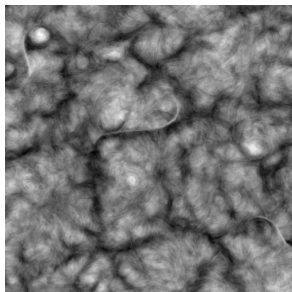
5 × 5 μm²



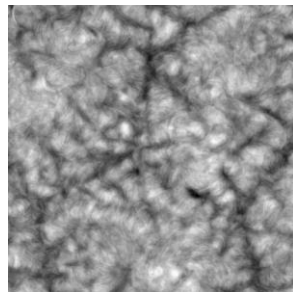
130 °C



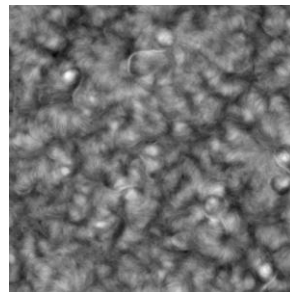
140 °C



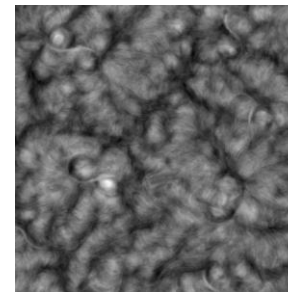
150 °C



160 °C



170 °C

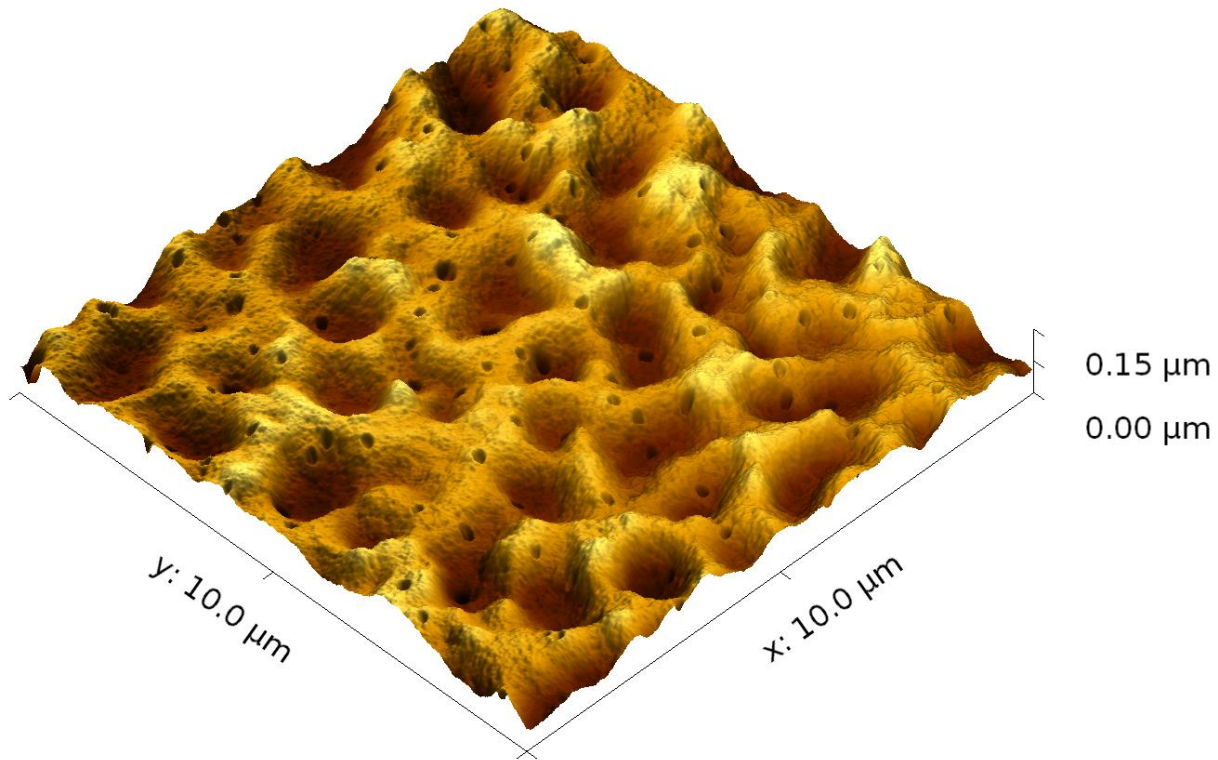


10 × 10 μm²

Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

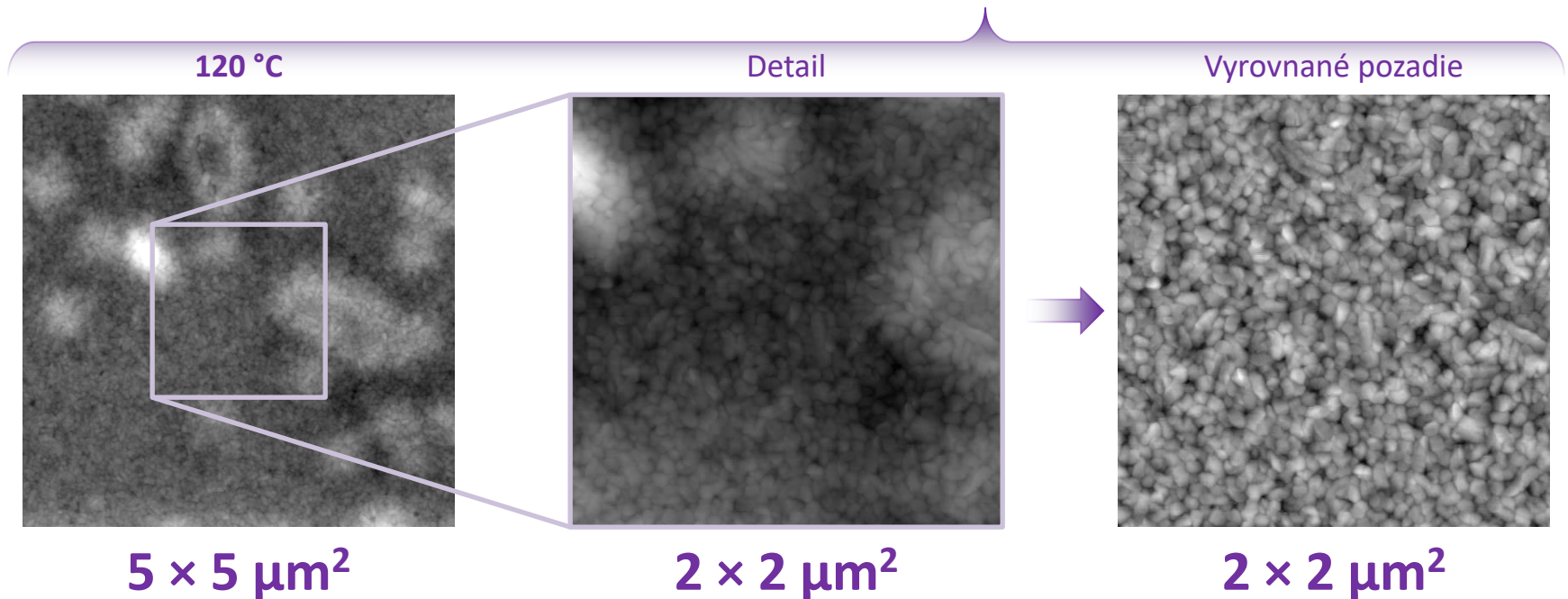
ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky

$T_g = RT$ (tzn. rozpúšťadlo sa odparilo spontánne)



Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

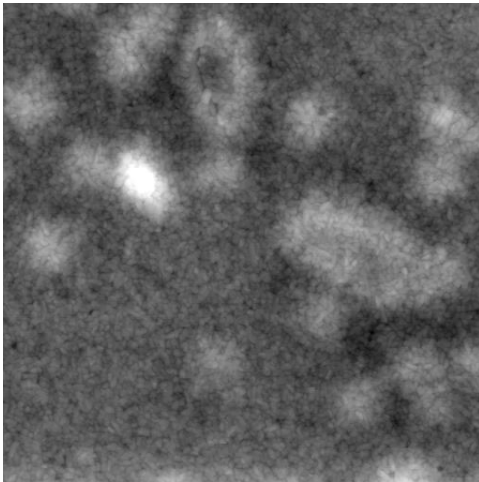
ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky



Spolupráca so študentom **Bc. Michalom Mičjanom** (ÚEF FEI)

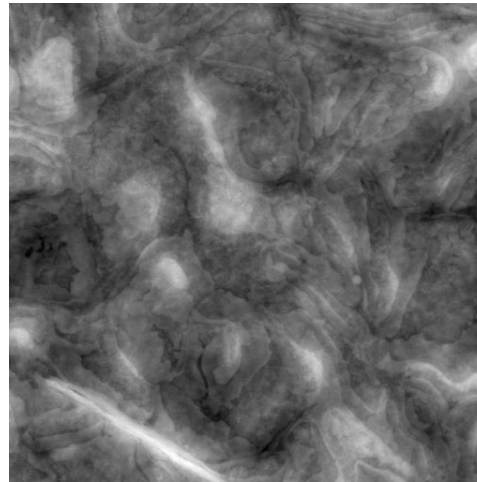
ÚLOHA: Sledovať vývoj morfológie povrchu v závislosti od teploty žihania T_g vzorky

120 °C



$5 \times 5 \mu\text{m}^2$

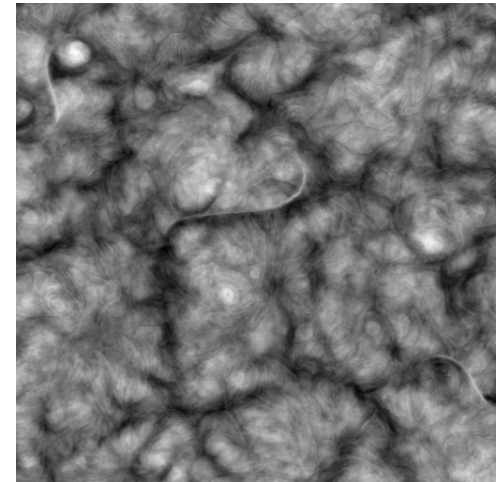
130 °C



$10 \times 10 \mu\text{m}^2$

skoková zmena v morfológii

140 °C



$10 \times 10 \mu\text{m}^2$

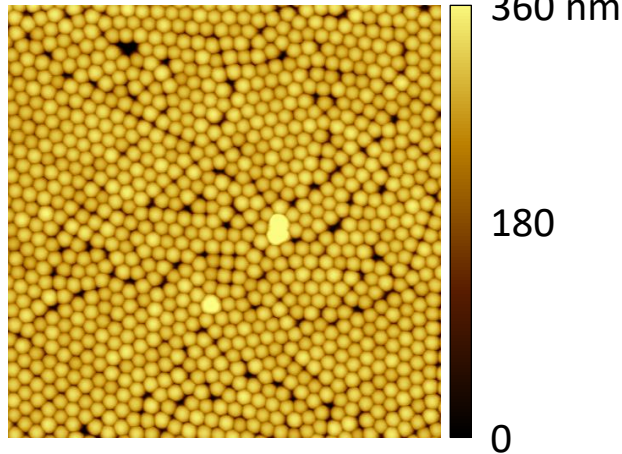
optimálny stav z hľadiska
feroelektrických vlastností

Spolupráca s **Doc. Martinom Weisom, PhD.** (ÚEF FEI)

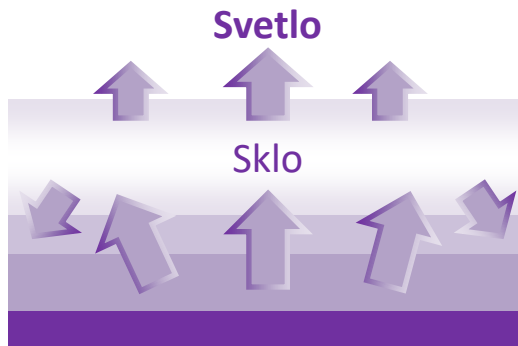
ÚLOHA: Overiť priemer fotonických kryštálov SiO_2 , počet vrstiev na skle a ich plošnú hustotu

Jedna vrstva guľôčok SiO_2 na skle

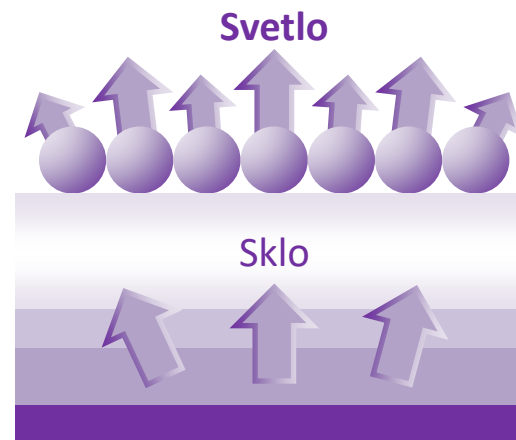
$10 \times 10 \mu\text{m}^2$



OLED



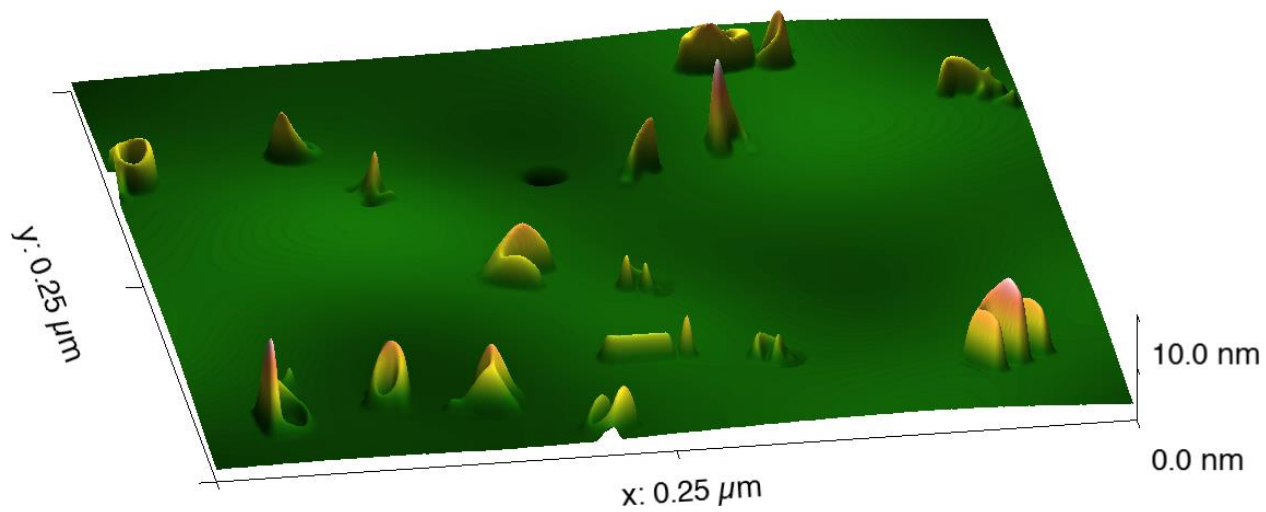
bez fotonických kryštálov

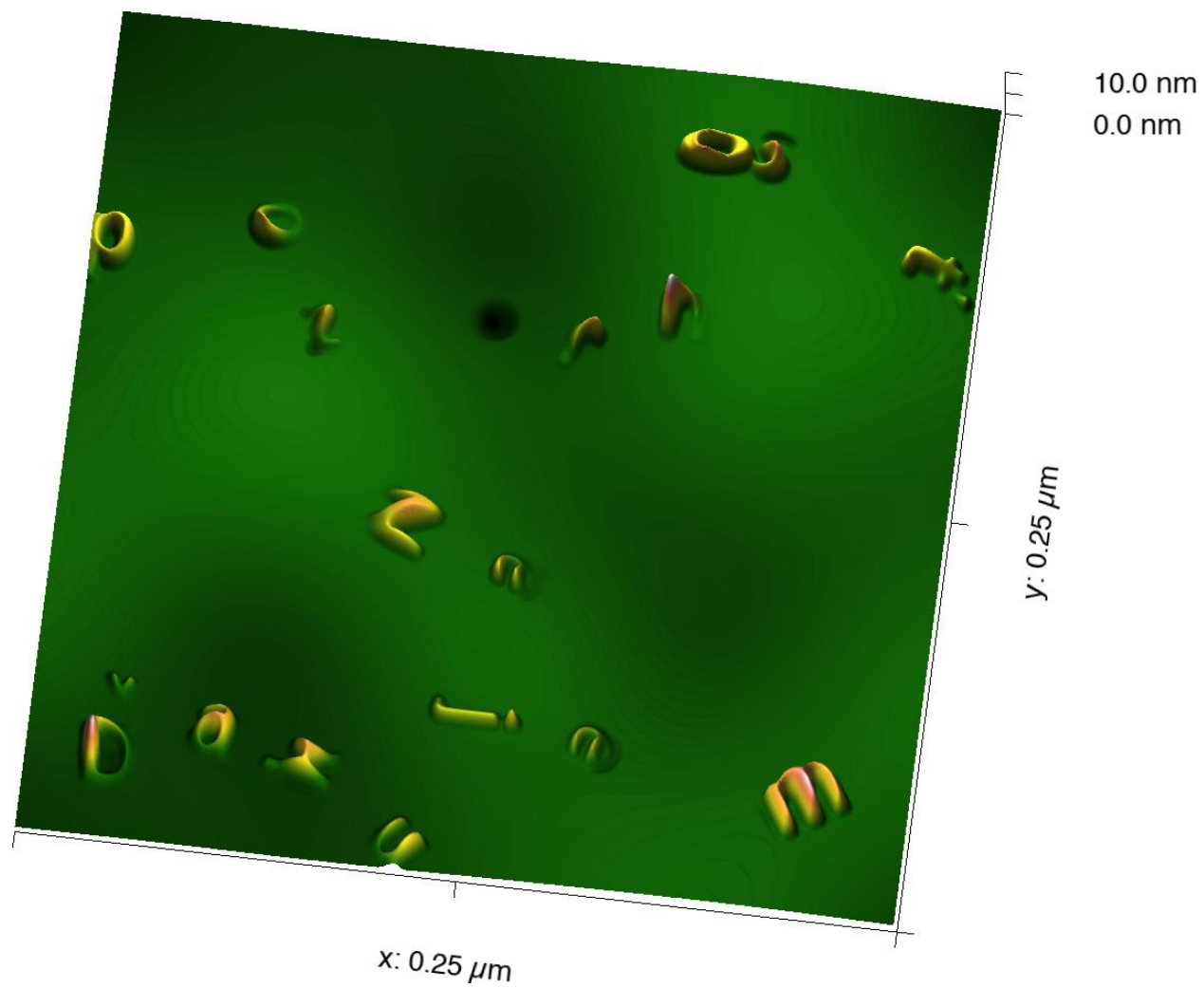


s fotonickými kryštálmi

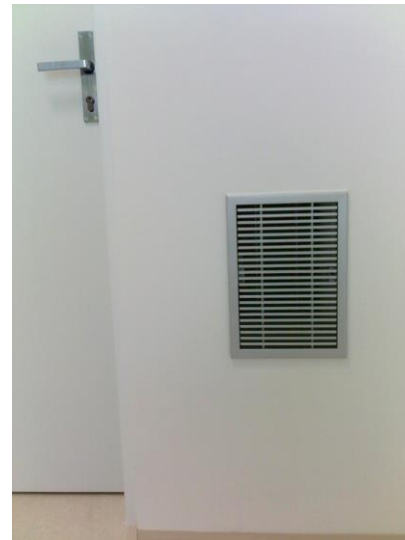
?

10/2014





Laboratórium mikroskopie AFM/MFM



Príprava vzorky

